
Thermische Stabilität von Stählen mit ultrafeinkörnigen Gradientengefügen und deren mechanische Eigenschaften



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Vom Fachbereich Material- und Geowissenschaften
der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs
(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation
vorgelegt von

Dipl.-Ing. Enrico Bruder
aus Potsdam

Hauptberichterstatter:
Nebenberichterstatter:

Prof. Dr. C. Müller
Prof. Dr. H. Hahn

Tag der Einreichung:
Tag der mündlichen Prüfung:

08.09.2010
18.01.2011

Darmstadt 2011

D17

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Literaturübersicht	3
2.1	Definition ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe	3
2.2	Erzeugung ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe	3
2.2.1	Prinzip der Kornfeinung durch SPD	4
2.2.2	Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)	6
2.2.3	High Pressure Torsion (HPT)	7
2.2.4	Accumulative Roll Bonding (ARB)	9
2.2.5	Surface Severe Plastic Deformation (S ² PD)	10
2.3	Spaltprofilieren und Spaltbiegen	13
2.3.1	Verzweigte Strukturen	13
2.3.2	Grundlagen des Spaltprofilierens	14
2.3.3	Grundlagen des Spaltbiegens	16
2.4	Eigenschaften von UFG Werkstoffen	18
2.4.1	Statische Festigkeit	18
2.4.2	Duktilität	21
2.4.3	Ermüdungseigenschaften	25
2.4.4	Gefüge und mechanische Eigenschaften von Spaltprofilen	29
2.5	Thermische Stabilität	32
2.5.1	Rekristallisation und Erholung	32
2.5.2	Abschätzung der Triebkräfte für Erholung und Rekristallisation	32
2.5.3	Einfluss der Verformung auf das Rekristallisationsverhalten	35
2.5.4	Kinetik der Kornvergrößerung	37
2.6	Textur und Texturanalyse	40
2.6.1	Darstellung kristallographischer Texturen	40
2.6.2	Walztexturen in kohlenstoffarmen Stählen	42
2.6.3	Erholungs- und Rekristallisationstexturen in kohlenstoffarmen Stählen	43
2.7	Zielstellung der Arbeit	45
3	Experimentelle Durchführung	47
3.1	Werkstoffe	47
3.1.1	ZStE500	47
3.1.2	DD11	47

3.2	Fertigungsverfahren	48
3.2.1	Spaltprofilieren	48
3.2.2	Spaltbiegen	48
3.3	Wärmebehandlungen	49
3.4	Gefügecharakterisierung	50
3.4.1	Präparation von Schliffen	50
3.4.2	Mikroskopie	50
3.4.3	Gefügeanalyse	52
3.4.4	Texturanalyse	52
3.5	Eigenspannungsmessungen	53
3.6	Mechanische Werkstoffcharakterisierung	53
3.6.1	Härtemessungen	53
3.6.2	Zugversuche	54
3.6.3	Ermüdung	54
3.6.4	FEM Modellierung	56
4	Ergebnisse	57
4.1	Gefügeanalyse	57
4.1.1	Charakterisierung des Anlieferungszustands	57
4.1.2	Gefüge in Spaltprofilen aus ZStE500	58
4.1.3	Gefüge in Spaltbiegeprofilen aus DD11	70
4.1.4	TEM Untersuchungen an DD11	78
4.2	Texturanalyse	80
4.2.1	Anpassung des Koordinatensystems	80
4.2.2	Textur im Flansch von Spaltprofilen	80
4.2.3	Einfluss von Wärmebehandlungen	82
4.3	Eigenspannungsmessungen	84
4.3.1	ZStE500 Spaltprofile	84
4.3.2	DD11 Spaltbiegeprofile	84
4.4	Mechanische Eigenschaften	85
4.4.1	Härte ZStE500	85
4.4.2	Härte DD11	88
4.4.3	Zugversuche ZStE500	92
4.4.4	Zugversuche DD11	95
4.4.5	Ermüdung ZStE500	97
4.4.6	Ermüdung DD11	103

5	Diskussion	109
5.1	Thermische Stabilität von UFG Gradientengefügen	109
5.2	Hall-Petch Beziehung in gestreckten UFG Gradientengefügen	115
5.3	Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen	122
6	Zusammenfassung	129
7	Ausblick	133
8	Literaturverzeichnis	135
A	Anhang	155
A.1	Fehlerdiskussion	155
A.1.1	Gefügeanalyse	155
A.1.2	Härtemessungen	157
A.1.3	Zugversuche	157
A.1.4	Ermüdungsexperimente	158
A.2	Abbildungen	159
A.3	Herleitung Ellipsenmodell	163

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Lateinische Zeichen und Abkürzungen

A	Bruchdehnung
A_g	Gleichmaßdehnung
ARB	accumulative roll bonding
CG	conventional grain size
d	Korngröße bzw. Korndurchmesser
E	Elastizitätsmodul
EBSD	electron backscatter diffraction
ECAP	equal-channel angular pressing
EDX	energy dispersive X-ray spectroscopy
$f(g)$	Orientierungsverteilungsfunktion (ODF)
ΔF	Lastschwingbreite
FEM	Finite-Elemente-Methode
HAGB	high angle grain boundary
HCF	high cycle fatigue
HPT	high pressure torsion
HV	Härte nach Vickers
IPF	inverse Polfigur
k'	Hall-Petch Koeffizient (Steigung)
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
LAGB	low angle grain boundary
LCF	low cycle fatigue
N	Kornwachstumsexponent
NC	nanocrystalline
ND	normal direction
ODF	orientation distribution function
ODS	oxide dispersion strengthened
p_{rk1}	Triebkraft für primäre Rekristallisation
p_{rk2}	Triebkraft für sekundäre Rekristallisation
Q_{kd}	Aktivierungsenergie für Korngrenzdiffusion
Q_{kw}	Aktivierungsenergie für Kornwachstum
Q_{vd}	Aktivierungsenergie für Volumendiffusion
R	Belastungsniveau bei zyklischer mechanischer Beanspruchung
RD	rolling direction
R_e	Streckgrenze
R_m	Zugfestigkeit

SFE	Stapelfehlerenergie
SMAT	surface mechanical attrition treatment
s_0	Blechdicke
s_f	Flanschdicke
S_v	Korngrenzdichte
SPD	severe plastic deformation
S ² PD	surface severe plastic deformation
t	Zeit
T	Temperatur
TD	transverse direction
UFG	ultrafine grained
X	relative Größe eines Korns in Bezug zum umliegenden Gefüge

Griechische Symbole

α	Flankenwinkel der Spaltwalze beim Spaltprofilier- bzw. Spaltbiegeprozess
γ	Korngrenzenergie
ε	technische Dehnung
ε_v	von Mises Vergleichsdehnung
$\varphi_1, \varphi_2, \Phi$	Eulerwinkel
ρ	Versetzungsdichte
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite
$\Delta\sigma/2$	Spannungsamplitude
σ	technische Spannung
σ_0	Hall-Petch Koeffizient (Achsenabschnitt)

1 Einleitung

Die Entwicklung von Konstruktionswerkstoffen, die eine Kombination aus hoher Festigkeit und hoher Duktilität bieten, stellt ein wesentliches Ziel und eine große Herausforderung für die materialwissenschaftliche Forschung dar. Solche Werkstoffe sind insbesondere für Anwendungen im Leichtbau von zentraler Bedeutung, wo eine hohe spezifische Festigkeit aber auch eine ausreichende Umformbarkeit zur Formgebung der Bauteile benötigt wird. Um dieses Ziel zu erreichen werden vielfältige Ansätze verfolgt, wie z.B. die gezielte Einstellung mehrphasiger Gefüge mit einer duktilen Matrix und harten Zweitphasen oder die Erzeugung metastabiler Phasen, die eine verformungsinduzierte Umwandlung aufweisen. Ein weiterer vielversprechender Ansatz ist die Erzeugung ultrafeinkörniger (ultrafine grained, UFG) Metalle mit Korngrößen im Submikrometer Bereich, die entsprechend der Hall-Petch Beziehung eine weitaus höhere Festigkeit bieten als Metalle mit konventionellen Korngrößen (conventional grain size, CG). Die Einstellung von UFG Gefügen ist jedoch mit thermomechanischen Prozessen nicht oder nur unter unverhältnismäßig hohem Aufwand möglich, so dass alternative Verfahren verwendet werden müssen, die überwiegend auf starker plastischer Verformung (severe plastic deformation, SPD) beruhen.

Trotz der herausragenden Eigenschaften von UFG Werkstoffen gibt es bislang nur wenige kommerzielle Anwendungen, die sich auf hochpreisige Produkte mit kleinem Produkt- und Marktvolumen, wie z.B. Sputtering Targets und Dentalimplantate, beschränken. Dies ist überwiegend auf die mangelnde Effizienz der Herstellungsprozesse zurückzuführen. So können großvolumige Halbzeuge mit UFG Gefüge bislang nicht kontinuierlich in industriellem Maßstab hergestellt werden. Neben der Entwicklung neuer effizienterer Verfahren besteht ein weiterer Ansatz darin, nur die am stärksten beanspruchten Bereiche in Bauteilen durch die Erzeugung von UFG Gefügen lokal zu verstärken und dadurch den Fertigungsaufwand zu reduzieren. In diesem Zusammenhang bieten die am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt entwickelten Umformverfahren des Spaltprofilierens und Spaltbiegens ein großes Potential. So ermöglichen die Prozesse die kontinuierliche Fertigung von integral verzweigten Profilen mit lokalen UFG Gradientengefügen und kombinieren dabei die hervorragenden Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen für steifigkeitsoptimierten Leichtbau mit der hohen mechanischen Festigkeit von UFG Gefügen.

Aufgrund der hohen Korngrenzichte bestehen in UFG Gefügen größere Triebkräfte für Rekristallisations- und Kornwachstumsprozesse als in CG Gefügen, weshalb die Stabilität der Gefüge ein wichtiger Aspekt ist, der berücksichtigt werden muss. So besteht einerseits die Gefahr, dass bei erhöhten Temperaturen oder auch unter zyklischer mechanischer Beanspruchung eine Vergröberung des Gefüges eintritt und zu einer Abnahme der Festigkeit führt. Andererseits stellen Wärmebehandlungen auch eine Chance dar die Festigkeit und Verformbarkeit gezielt zu beeinflussen und somit die mechanischen Eigenschaften auf das jeweilige Anforderungsprofil hin zu optimieren. Unabhängig

davon, ob eine Beeinflussung von UFG Gefügen und deren mechanischer Eigenschaften bei erhöhten Temperaturen vermieden oder aber gezielt ausgenutzt werden soll, ist eine genaue Kenntnis der ablaufenden Prozesse und deren Prozessparameter erforderlich.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, einen Beitrag zum Verständnis der thermischen Stabilität von UFG Gefügen und des Einflusses von Wärmebehandlungen auf deren mechanische Eigenschaften zu leisten. Der Fokus der Arbeit liegt dabei auf niedriglegierten Stählen mit UFG Gradientengefügen, die durch die innovativen Umformprozesse des Spaltprofilierens und Spaltbiegens erzeugt werden. Da UFG Gradientengefüge bislang nur wenig erforscht sind, werden neben der Gefügestabilität auch grundlegende Aspekte, wie der Einfluss der Gefüge auf die lokalen und globalen mechanischen Eigenschaften, betrachtet.

2 Literaturübersicht

2.1 Definition ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe

Die Begriffe ultrafeinkörnig (UFG, ultrafine grained), nanokristallin (NC, nanocrystalline) und nanostrukturiert werden in der Literatur nicht gleichbedeutend verwendet. Gleiter bezeichnet Werkstoffe als nanostrukturiert, wenn deren Korngröße im Bereich von 1 - 10 nm liegt [GLE00], während Koch diesen Begriff für Werkstoffe mit mindestens einer Dimension im Bereich von 1 - 100 nm verwendet [KOC09]. Hansen unterscheidet dagegen bei Dimensionen im Bereich von 1 - 100 nm zwischen nanokristallinen und nanostrukturierten Werkstoffen [HAN04]. Demnach weisen nanokristalline Werkstoffe überwiegend Großwinkelkorngrenzen (HAGBs, high angle grain boundaries) und nahezu keine Versetzungsstrukturen auf, wogegen nanostrukturierte Werkstoffe Subkornstrukturen aus Kleinwinkelkorngrenzen und Versetzungen besitzen.

Definitionen für UFG Gefüge werden u.a. von Pragnell et al. und Valiev et al. gegeben [PRA01, VAL06]. Nach Valiev et al. sind UFG Materialien Polykristalle mit Korngrößen im Submikrometerbereich, d.h. zwischen 0,1 und 1 μm . Weitere Kriterien sind, dass das Gefüge überwiegend HAGBs ($> 50\%$) und annähernd gleichachsige Körner aufweist. Nach Pragnell et al. ist die Voraussetzung für UFG Werkstoffe ein mittlerer Abstand zwischen Großwinkelkorngrenzen von $< 1\ \mu\text{m}$ in allen Richtungen sowie ein Anteil an Großwinkelkorngrenzen von $> 70\%$. Beide Definitionen schließen jedoch viele Werkstoffe aus, die dennoch als UFG bezeichnet werden, da z.B. in UFG Cu nur selten mehr als 50 % HAGBs generiert werden können [DAL07, MOL07]. Zudem erzeugen nur wenige der etablierten Verfahren zur Herstellung von UFG Materialien annähernd gleichachsige Körner. Vielmehr ist es in der Literatur üblich, Werkstoffe als UFG zu bezeichnen sofern, entweder eine der Definitionen erfüllt ist oder aber ein etabliertes Verfahren zur Herstellung von UFG Materialien verwendet wurde und der Werkstoff zumindest eine mittlere Korngröße $< 1\ \mu\text{m}$ aufweist.

Im Rahmen dieser Arbeit werden für NC die Definition von Hansen und für UFG die Definition von Valiev et al. unter Einbeziehung von Gefügen mit ausgeprägtem Streckungsgrad verwendet. Demnach liegt ein UFG Gefüge vor sofern die mittlere Korngröße $< 1\ \mu\text{m}$ ist und mehr als 50 % der Korngrenzen HAGBs sind, d.h. eine Fehlorientierung von $> 15^\circ$ aufweisen.

2.2 Erzeugung ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe

Die Einstellung feinkörniger Gefüge in Metallen erfolgt großtechnisch mittels thermomechanischer Prozesse, die jedoch zwei wesentlichen Einschränkungen unterliegen. Zum einen gibt es eine minimale Korngröße die mit wirtschaftlich vertretbarem Aufwand nicht unterschritten werden kann und typischerweise im Bereich von 1 – 10 μm liegt. Zum anderen sind je nach Legierungszusammensetzung

unterschiedliche Prozessrouten zur Einstellung der minimalen Korngröße notwendig, was bei einer breiten Werkstoffpalette einen hohen Entwicklungsaufwand erfordert [LAN07].

Für die Herstellung von Werkstoffen mit Korngrößen $< 1 \mu\text{m}$ gibt es grundsätzlich zwei verschiedene Ansätze, die häufig als „bottom up“ und „top down“ bezeichnet werden. „Bottom up“ Verfahren beruhen auf der Verbindung einzelner Atome oder nanokristalliner Pulver, z.B. durch Inertgas Kondensation [NIE89], elektrolytische Abscheidung [YAN04] oder Sintern [LIB08]. Bei „top-down“ Verfahren werden konventionelle Massivwerkstoffe einer Kornfeinung unterzogen, was durch „Severe Plastic Deformation“ (SPD) erreicht wird. Ein Vorteil von „top down“ Verfahren durch SPD gegenüber den meisten „bottom up“ Verfahren liegt in der Möglichkeit der Herstellung von massiven Proben, die keine Porosität aufweisen und somit bessere mechanische Eigenschaften besitzen [ZHU04]. Ein weiterer Vorteil ist die Möglichkeit, kommerziell erhältliche Massivwerkstoffe zu verwenden. Im Gegensatz zu „bottom up“ Verfahren, die Korngrößen im Bereich weniger Nanometer generieren können, ist es mit den meisten SPD Verfahren nicht möglich nanokristalline Gefüge, d.h. mittlere Korngrößen $< 100 \text{ nm}$, zu erzeugen. Diese Einschränkung ist aus technologischer Sicht jedoch von geringer Bedeutung, da nanokristalline Metalle, bedingt durch eine Behinderung versetzungsbasierter Kristallplastizität, meist spröde und somit für Anwendungen als Konstruktionswerkstoffe wenig geeignet sind.

2.2.1 Prinzip der Kornfeinung durch SPD

Die Entstehung von UFG Gefügen bei plastischer Verformung zu hohen Dehnungen wird in der Literatur entweder auf eine dynamische Rekristallisation [BEL01, SU06] oder aber eine Fragmentierung der Körner durch eine Umwandlung von Subkornstrukturen in HAGBs [PRA01, VAL06] zurückgeführt. Zwar wird letzteres Modell von vielen Autoren favorisiert und konnte an verschiedenen Werkstoffen experimentell bestätigt werden, jedoch schließen diese Untersuchungen eine dynamische Rekristallisation nicht zwangsläufig aus. Zum einen werden SPD Verfahren für viele Werkstoffe (wie z.B. Fe, Ti, Mg und deren Legierungen) bei erhöhten Temperaturen durchgeführt, so dass möglicherweise ein fließender Übergang zwischen beiden Mechanismen besteht. Zum anderen wird der Begriff der Rekristallisation in der Literatur nicht einheitlich verwendet [GOT07], so dass sich beide Modelle nicht widersprechen müssen. Im Folgenden wird das Modell der Fragmentierung von Subkornstrukturen nach Doherty et al., Hughes und Hansen näher erläutert [DOH97, HUG97, HAN01]. Ähnliche Darstellungen, die sich meist auf einzelne Werkstoffe und explizite Vergleichsdehnungen beziehen, finden sich u.a. von Iwahashi et al., Valiev et al., Pragnell et al. und Tao et al. [IWA98, VAL00, PRA01, TAO02].

Bereits bei niedrigen plastischen Dehnungen werden in metallischen Werkstoffen verformungsinduzierte Subkornstrukturen gebildet, die in geometrisch notwendige (GNBs, geometrically necessary boundaries) und zufällige Subkorn Grenzen (IDBs,

incidental dislocation boundaries) unterteilt werden können. GNBs entstehen zwischen Bereichen, die sich auf verschiedenen Gleitsystemen oder zu unterschiedlichen Dehnungen verformen. IDBs, die auch als Versetzungszellwände bezeichnet werden, entstehen durch die Blockierung sich schneidender Versetzungen und weisen meist sehr geringe Fehlorientierungen ($< 3^\circ$) zwischen den angrenzenden Bereichen auf. Die Subkornbildung läuft bei den meisten untersuchten Werkstoffen auf zwei (in einigen Fällen auch drei) Größenskalen ab, wobei die durch IDBs abgegrenzten Versetzungszellen (Cells) die kleinste Struktureinheit bilden. Mehrere benachbarte Versetzungszellen bilden Zellblöcke (Cell Blocks), die durch GNBs in Form von dichten Versetzungswänden (DDWs, dense dislocations walls) und Mikrobändern voneinander abgegrenzt sind (Abbildung 2.1 links).

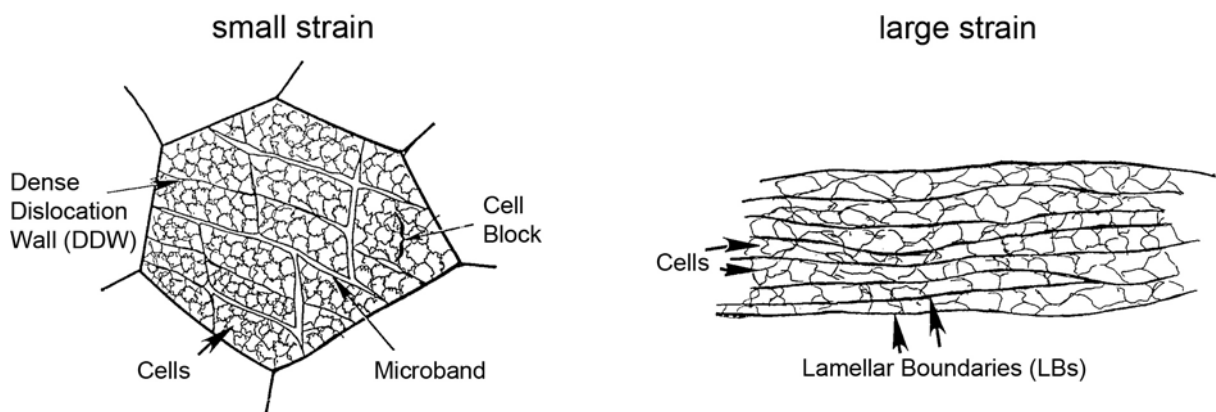


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Subkornstrukturen bei kleinen Dehnungen (links) und großen Dehnungen (rechts) nach [DOH97, HUG97].

Mit zunehmender Dehnung steigt die Fehlorientierung zwischen den zwei Arten von Subkornstrukturen während ihr mittlerer Abstand abnimmt. Dieser Prozess ist bei GNBs deutlich stärker ausgeprägt als bei IDBs. Bei mittleren Dehnungen erreicht ein Teil der GNBs bereits Fehlorientierungen die der von HBGBs entsprechen, d.h. $> 15^\circ$. Sofern kein Wechsel der Dehnungsrichtung stattfindet, geht die Verfeinerung der Subkornstrukturen mit einer Ausrichtung der GNBs einher, wodurch diese bei hohen Dehnungen eine lamellare Struktur ausbilden (Abbildung 2.1 rechts). In diesem Stadium führen dynamische Erholungsprozesse zu einem Gleichgewicht zwischen Generierung und Auslöschung von Versetzungen, wodurch die Subkorngröße einen unteren Grenzwert erreicht. Dieser ist u.a. abhängig vom Werkstoff, der homologen Temperatur und dem jeweiligen SPD Prozess und liegt für reine Metalle typischerweise bei $< 1 \mu\text{m}$ aber $> 100 \text{ nm}$.

Die mittlere Fehlorientierung der Subkorn Grenzen steigt auch nach Erreichen einer minimalen Subkorngröße weiter an und läuft erst bei deutlich höheren Dehnungen in eine Sättigung. Dieser Prozess kann durch eine Änderung der Dehnungsrichtung beschleunigt werden, da dies eine Segmentierung der lamellaren Strukturen begünstigt. Eine Mackenzie-Verteilung der Fehlorientierung [MAK58] wird jedoch durch SPD nicht erreicht, was u.a. auf die Ausbildung einer Verformungstextur zurückzuführen ist. Dadurch treten Kleinwinkelkorn Grenzen (LAGBs, low angle grain boundaries) statistisch häufiger auf als bei einer regellosen Orientierungsverteilung. Der Sättigungsanteil an

HAGBs liegt typischerweise im Bereich von 70 - 85 % [PRA01], d.h. ein Großteil der bei niedrigen Dehnungen gebildeten Subkorn Grenzen wird infolge der plastischen Verformung zu HAGBs.

Die notwendigen Vergleichsdehnungen ε_v zur Erzeugung von UFG Gefügen liegen, abhängig vom Werkstoff und dem verwendeten Prozess, typischerweise bei 3 bis 6 [PRA01, SON06, DAL07]. Derart hohe plastische Dehnungen können mit den meisten konventionellen Kaltumformprozessen nicht erzielt werden, da das Umformvermögen metallischer Werkstoffe bereits bei deutlich geringeren Dehnungen erschöpft ist. Daher müssen bei SPD Verfahren Werkzeuggeometrien verwendet werden die der Umformung hohe hydrostatische Druckspannung überlagern, wodurch das Umformvermögen erhöht und ein Aufbringen der hohen Dehnungen ohne Rissbildung ermöglicht wird. Ein weiteres charakteristisches Merkmal von SPD Prozessen ist, dass die makroskopische Form des Werkstücks erhalten bleibt [VAL06]. Im Folgenden werden drei der am weitesten verbreiteten SPD Verfahren näher betrachtet.

2.2.2 Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)

ECAP, das oft auch als ECAE (Equal-Channel Angular Extrusion) bezeichnet wird, basiert auf reiner Scherverformung eines stangenförmigen Werkstücks und wurde erstmals von Segal et al. vorgestellt [SEG81]. Das Werkzeug ist eine Matrize mit zwei Kanälen gleichen Querschnitts die unter einem Winkel Φ ineinander übergehen. Das Werkstück wird mit einem Stempel durch die Matrize gepresst, wodurch im Übergangsbereich der beiden Kanäle eine Scherverformung ohne Änderung der Querschnittsfläche stattfindet (Abbildung 2.2). Theoretische und experimentelle Betrachtungen der Texturentwicklung bei ECAP stützen die Annahme einer nahezu reinen Scherverformung. So haben Li et al. für ECAP von Cu gezeigt, dass die experimentell ermittelten Scherkomponenten gegenüber den theoretischen Lagen nur durch eine geringfügige Rotation abweichen. Diese Abweichung wird durch Kaltverfestigung im Prozess und den Winkel Ψ des äußeren Übergangsradius erklärt [LI05].

Die durch Scherung eingebrachte Vergleichsdehnung ε_v ist abhängig vom Kanalwinkel Φ und dem Winkel des äußeren Übergangsradius Ψ und berechnet sich nach Iwahashi et al. [IWA96] wie folgt:

$$\varepsilon_v = \frac{1}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right\} \quad \text{Gleichung 2.1}$$

Bei typischerweise verwendeten Kanalwinkeln von $\Phi = 90^\circ$ ergeben sich Dehnungen von $\varepsilon_v \sim 1$. Eine Erhöhung der Dehnung wird durch wiederholtes Pressen durch die Matrize erreicht, so dass im Prinzip beliebig hohe Dehnungen möglich sind [IWA96, DAL04]. Durch Rotation des Werkstücks zwischen den einzelnen Pressvorgängen ergeben sich verschiedene Routen, von denen die vier am häufigsten verwendeten als Route A, B_A, B_C und C bezeichnet werden (Abbildung 2.2 rechts). Die verschiedenen Routen führen

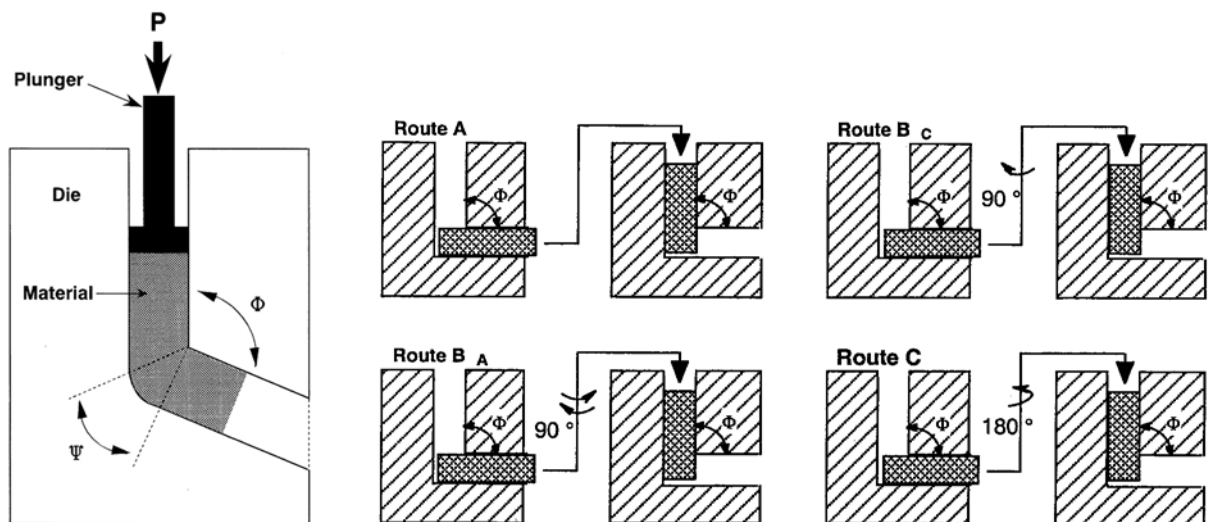


Abbildung 2.2: Schnitt durch ein ECAP-Werkzeug (links) und Rotationsschema verschiedener ECAP-Routen (rechts) [NAK98, STO01].

zur Scherung in verschiedenen Ebenen des Werkstücks, wobei sowohl experimentelle Untersuchungen als auch theoretische Betrachtungen zeigen, dass Route B_c bei $\Phi = 90^\circ$ am schnellsten zu einem homogenen UFG Gefüge führt [IWA98, ZHU00].

ECAP bietet von allen etablierten SPD Verfahren die beste Skalierbarkeit bezüglich der Probedimensionen, ist jedoch ein aus wirtschaftlicher Sicht sehr ineffizienter Prozess. Viele Arbeiten beschäftigen sich daher mit der Weiterentwicklung bzw. Abwandlung des Prozesses um die Wirtschaftlichkeit zu erhöhen. Hierfür werden verschiedene Ansätze verfolgt, wie z.B. eine kontinuierliche Zuführung oder eine Minimierung der Reibungsverluste durch bewegliche Werkzeugeinsätze [SEG04].

2.2.3 High Pressure Torsion (HPT)

HPT basiert auf der Torsionsverformung flacher, scheibenförmiger Proben zwischen zwei Pressstempeln. Grundsätzlich wird zwischen den Prozessvarianten „constrained“ und „unconstrained“ HPT unterschieden. Bei „constrained“ HPT befindet sich die Probe in einer Kavität des unteren Pressstempels, so dass ein freies Fließen des Materials während des Prozesses unmöglich ist. Demgegenüber werden bei „unconstrained“ HPT flache Pressstempel verwendet, die ein Fließen des Materials in radialer Richtung ermöglichen (Abbildung 2.3). Bei beiden Prozessvarianten wird zunächst eine statische Last in axialer Richtung aufgebracht. Dies dient der Minimierung des Schlupfs zwischen der Probe und den Pressstempeln und erzeugt hydrostatische Druckspannungen, die der folgenden Torsionsverformung überlagert werden. Die plastische Dehnung wird anschließend durch eine Rotation der beiden Pressstempel gegeneinander erzeugt [VAL96a, ZHI03, ZHI05, TOD07].

Bedingt durch die Prozessführung nimmt die Scherverformung in radialer Richtung von der Drehachse zum Probenrand hin zu, wobei entlang der Drehachse theoretisch keine Verformung stattfinden sollte. Folglich führt HPT stets zu Gefüge- und Eigenschaftsgradienten in radialer Richtung. Die lokale plastische Vergleichsdehnung

ε_v ergibt sich aus der Anzahl der Umdrehungen des Pressstempels N , dem Abstand von der Probenmitte r und der Probenhöhe h :

$$\varepsilon_v = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad \text{Gleichung 2.2}$$

Trotz des prozessimmanenten Dehnungsgradienten in radialer Richtung können annähernd homogene Gefüge und homogene mechanische Eigenschaften über einen weiten Bereich der Probe erzeugt werden [ZHI03, SAK05, ZHI05]. Als mögliche Erklärungen für diesen Effekt werden verstärkte dynamische Erholungsvorgänge im Randbereich sowie eine Dehnungsumlagerung während des Prozesses angenommen [ZHI05].

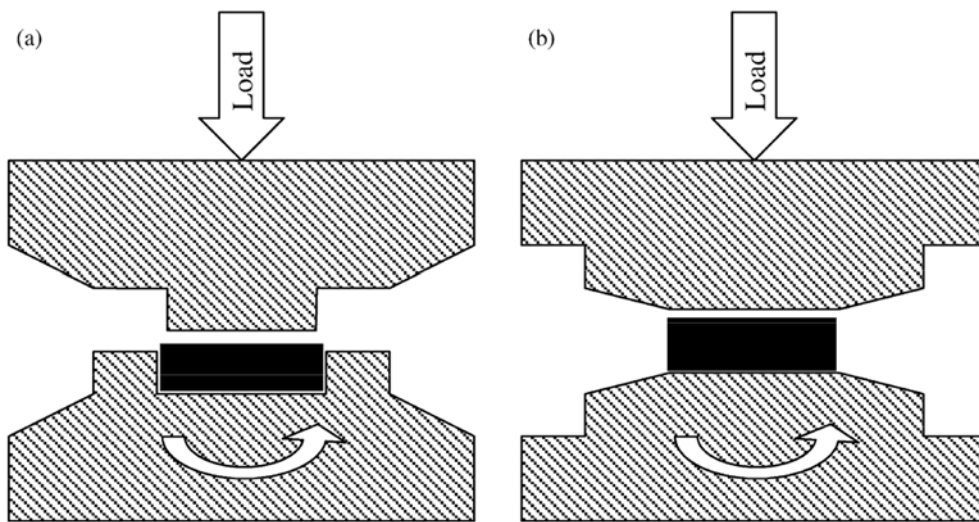


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Prozessvarianten (a) constrained HPT und (b) unconstrained HPT [ZHI05].

Der wesentliche Vorteil von HPT gegenüber anderen SPD Verfahren besteht darin, dass Prozessparameter wie die Höhe der hydrostatischen Druckspannungen oder die Scherdehnung über einen sehr weiten Bereich kontinuierlich einstellbar sind. Zudem können mit HPT typischerweise geringere Korngrößen erzeugt werden als mit anderen SPD Verfahren [ZHI05]. Diese Aspekte sind gute Voraussetzungen für Grundlagenuntersuchungen, wobei die radial inhomogene Dehnungsverteilung und die geringen Probendimensionen zu gewissen Einschränkungen führen. So ist es mit HPT bislang nicht möglich normgerechte Zugproben oder CT-Proben mit homogenen Eigenschaften zu fertigen. Ein weiterer Anwendungsbereich von HPT ist neben der Erzeugung von UFG Gefügen die Kompaktierung nanokristalliner Pulver [VAL96b, BAR05].

2.2.4 Accumulative Roll Bonding (ARB)

ARB zur Erzeugung von UFG Gefügen wurde erstmalig von Saito et al. vorgeschlagen [SAI99] und ist in Abbildung 2.4 schematisch dargestellt. In diesem Prozess werden zwei Blechlagen des Ausgangsmaterials mittels eines Roll-Bond-Verfahrens verbunden und dabei auf die Ausgangsblechdicke h_0 reduziert, was einer Umformung mit einem Abwalzgrad von 50 % entspricht. Eine Haftung der Bleche wird durch ein Reinigen und Aufräumen der Oberflächen gewährleistet. Zusätzlich wird der Prozess häufig bei erhöhten Temperaturen (aber unterhalb der Rekristallisationstemperatur) durchgeführt, wodurch die Haftung verbessert und die Walzkräfte reduziert werden. Nach dem ersten Prozessschritt wird das Blech in der Länge halbiert. Beide Hälften werden, wie zuvor die Lagen des Ausgangsmaterials, gereinigt, aufgeraut und anschließend miteinander verbunden.

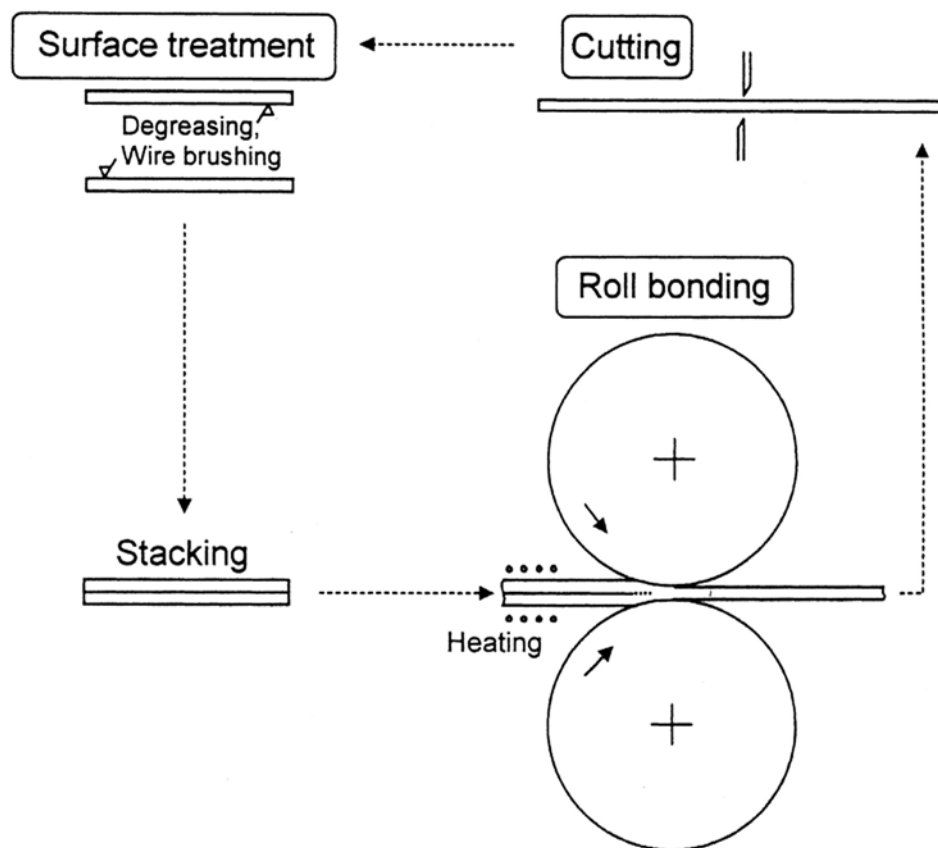


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung des ARB Prozesses [SAI99].

Durch mehrere Iterationen können die zur Bildung von UFG Gefügen notwendigen Dehnungen ohne eine makroskopische Formänderung erzielt werden. Pro Zyklus wird dabei eine Vergleichsdehnung $\varepsilon_v \approx 0,8$ in das Blech eingebracht, die sich aus der allgemeinen Formel zur Berechnung der Dehnung beim Walzen ergibt:

$$\varepsilon_v = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{h_0}{2h_o} \right) = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{1}{2} \right) \approx 0,8 \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Im Gegensatz zu den meisten anderen SPD Verfahren wird bei ARB keine reine Scherverformung in das Werkstück eingebracht, sondern eine Kombination aus Walz- und Scherverformung. Der Walzanteil resultiert aus der Dickenreduktion, wogegen der Scheranteil durch die Reibung zwischen Werkstück und Walzen entsteht und somit im Bereich der Oberflächen lokalisiert ist. Durch das mehrfache Teilen und Verbinden des Bleches werden Bereiche der Blechoberfläche und damit Scherdehnungen auch in das Innere des Werkstücks eingebracht. Die Kombination von Scher- und Walzverformung bei ARB wurde experimentell mittels Texturanalyse u.a. von Heason und Prangnell an Aluminium [HEA02] sowie von Kamikawa et al. an IF Stahl [KAM07] bestätigt. Kamikawa et al. zeigen zudem, dass die Stärke der Texturkomponenten in der Blechmitte sowie die Gefügeentwicklung während des Prozesses stark von der Schmierung der Walzen abhängig ist. Bei Verwendung von Schmierstoffen dominieren Walztextur-Komponenten (83%) und es bildet sich ein extrem gestrecktes lamellares Gefüge. Ohne Schmierung entsteht dagegen ein Pancake Gefüge mit geringerem Aspektverhältnis und einer sehr komplexen Textur, wobei die typischen Walzkomponenten relativ schwach ausgeprägt sind (22 %). Eine Literaturübersicht zu verschiedenen bearbeiteten Werkstoffen von Tsuji zeigt, dass durch den ARB Prozess die Erzeugung äquiauxialer Gefüge grundsätzlich nicht möglich zu sein scheint, da überwiegend lamellare oder Pancake Gefüge entstehen [LI06, TSU09]. Eine dem Prozess nachfolgende Wärmebehandlungen kann jedoch zu einem Zerfall der Lamellenstruktur in nahezu globulare Körner führen, was für Aluminium und IF Stähle gezeigt wurde [TSU02, TAK08].

2.2.5 Surface Severe Plastic Deformation (S²PD)

Neben der Erzeugung massiver UFG Halbzeuge durch SPD besteht ein alternativer Ansatz zur Verbesserung der Werkstoff- bzw. Bauteileigenschaften in der Erzeugung von UFG oder NC Oberflächen an CG Grundwerkstoffen. Dies ist insofern vielversprechend, als viele Formen des Bauteilversagens vorwiegend von der Oberfläche ausgehen, wie z.B. Ermüdungsrisse, Reibermüdung, Verschleiß oder Korrosion [LU09]. In vielen Anwendungsbereichen kann somit bereitseine Veränderung der Oberflächeneigenschaften zu einer deutlichen Verbesserung der Bauteileigenschaften führen. Darüber hinaus sind die bulk Eigenschaften von UFG Materialien, wie z.B. das geringe Verfestigungsvermögen (siehe Abschnitt 2.4.2), für viele Anwendungen ein signifikanter Nachteil, der durch den Gewinn an Festigkeit nicht zwangsläufig kompensiert wird.

Es gibt zwei verschiedene Ansätze zur Erzeugung von UFG oder NC Oberflächen, die einerseits auf der Beschichtung von CG Werkstoffen und andererseits auf einer plastischen Verformung der Oberfläche des Grundwerkstoffs beruhen. Beschichtungen bieten den Vorteil, dass die Schicht eine andere Zusammensetzung als der Grundwerkstoff aufweisen kann. Ein kritischer Aspekt ist dagegen die Haftfestigkeit der Beschichtung sowohl gegenüber dem Grundwerkstoff als auch innerhalb der Schicht [LU09]. Bei Erzeugung eines verformungsinduzierten UFG Gefüges an der Oberfläche stellt die Haftfestigkeit dagegen kein Problem dar, sofern eine massive Schädigung der Oberfläche durch die Verformung vermieden werden kann. Eine Änderung der Werkstoffzusammensetzung ist

durch eine Kombination mit mechanischem Legieren zwar prinzipiell möglich [TAK07], aber nicht vergleichbar mit den Möglichkeiten, die sich für Beschichtungen bieten. Die Erzeugung von UFG Gefügen an der Oberfläche erfolgt analog zu SPD Verfahren durch das Einbringen hoher plastischer Dehnungen, wobei die Verformung auf den oberflächennahen Bereich begrenzt ist. Der Oberbegriff für alle Verfahren der S²PD die auf einer Verformung durch auftreffende Kugeln oder Partikel beruhen lautet SMAT (surface mechanical attrition treatment) [LU09]. Die Verfahren ähneln dem Kugelstrahlen [SCH06], wobei der Durchmesser und die kinetische Energie des Strahlguts sowie die Dauer der Behandlung bei SMAT meist deutlich höher sind [LU09]. Neben SMAT gibt es noch andere Verfahren, die eine Kornfeinung der Oberfläche in den UFG und NC Bereich ermöglichen, wie z.B. das von Hughes und Hansen vorgestellte Verfahren auf Basis einer modifizierten Verschleißtest-Apparatur [HUG01].

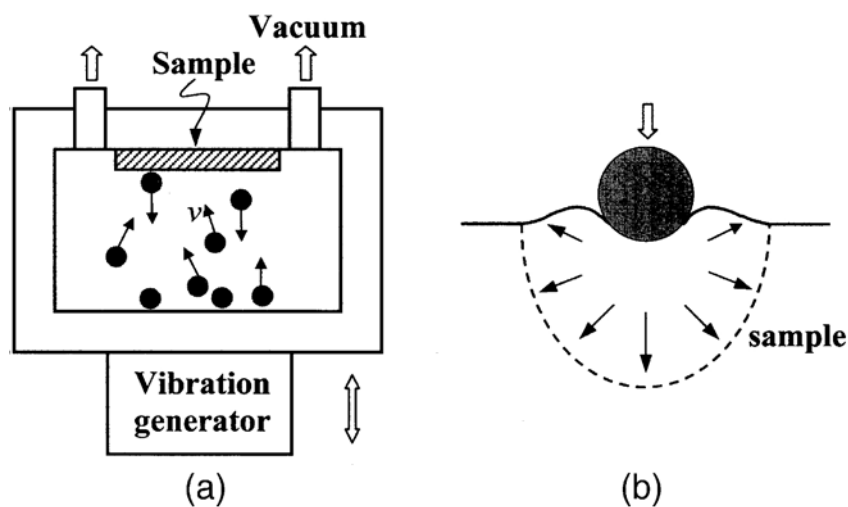


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung (a) der SMAT Behandlung und (b) der lokalen plastischen Verformung in der Oberfläche durch auftreffende Kugeln [TAO02].

Die Spannungszustände und die Größe der plastischen Zone bei SMAT können näherungsweise über die Theorie der Hertz'schen Pressung bzw. deren Erweiterung für elastisch-idealplastisches Werkstoffverhalten beschrieben werden [LU09]. Die maximalen Schubspannungen treten bei Hertz'scher Pressung unterhalb der Kontaktfläche auf. Somit steigen die Schubspannungen ausgehend von der Kontaktfläche mit zunehmender Tiefe zunächst an, durchlaufen ein Maximum und fallen anschließend wieder ab. Daraus ergibt sich zwangsläufig eine inhomogene Dehnungsverteilung unterhalb der auftreffenden Kugeln sowie eine begrenzte Eindringtiefe der plastischen Zone. Dementsprechend führt SMAT stets zu steilen Gradienten im Gefüge und den mechanischen Eigenschaften (Abbildung 2.6).

Die Eindringtiefe der Kornfeinung durch SMAT liegt typischerweise bei $< 100 \mu\text{m}$, wobei der NC Bereich nochmals deutlich schmäler ist. Der durch 60 min SMAT an reinem Eisen erzeugte Gefügegradient an der Oberfläche kann in vier Bereiche unterteilt werden (Abbildung 2.6). Bis in einer Tiefe von $15 \mu\text{m}$ liegt ein NC Gefüge vor, an das sich ein UFG Gefüge im Bereich von 15 bis $40 \mu\text{m}$ unterhalb der Oberfläche anschließt. In einer Tiefe von 40 bis $60 \mu\text{m}$ ist eine reduzierte Subkorngröße im niedrigen Mikrometer-

Bereich erkennbar und zwischen 60 bis 110 μm liegt ein konventionell kaltverfestigtes Gefüge vor [TAO02, LU09]. Während die NC Körner nahe der Oberfläche häufig globular sind, zeigt sich im UFG Bereich, wie bei vielen konventionellen SPD Verfahren, die Ausbildung eines ausgeprägten Streckungsgrades der Körner (Abbildung 2.6).

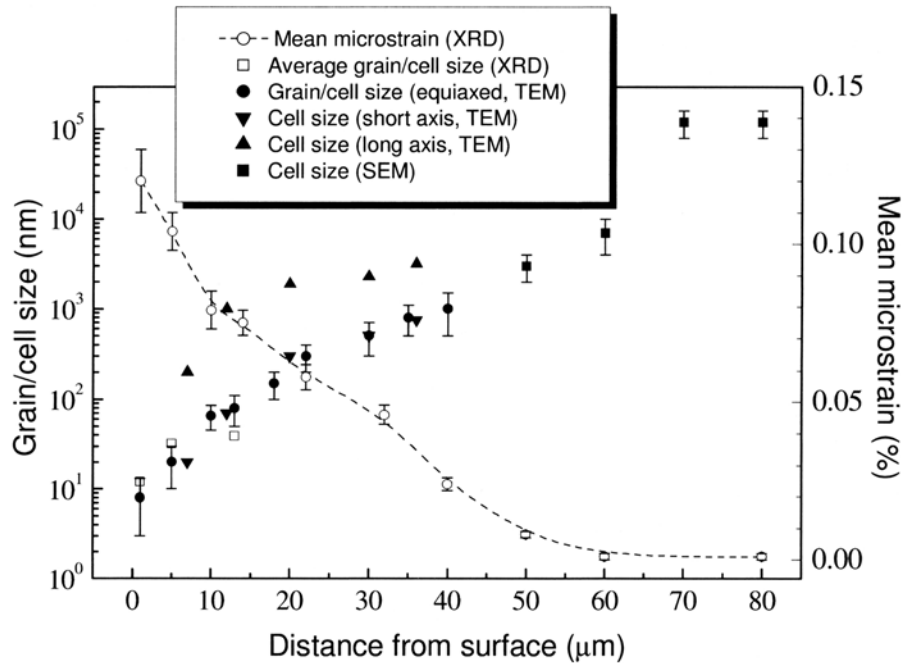


Abbildung 2.6: Änderung der (Sub)Korngröße und der elastischen Dehnung in Abhängigkeit vom Abstand zur behandelten Oberfläche nach SMAT von Eisen [TAO02, LU09].

Die Breite des NC und UFG Bereichs muss jedoch in Relation zur Rauigkeit der Oberfläche betrachtet werden. Die mittlere Rauigkeit R_a nach SMAT liegt meist im Bereich einiger Mikrometer [WAN03, LIN06, SUN09], so dass ein vollständiger Abtrag der Rauigkeit die Breite des NC Bereichs deutlich reduziert bzw. diesen mitunter sogar vollständig entfernt.

Der positive Effekt von S²PD auf verschiedene mechanische Eigenschaften wurde von mehreren Autoren mittels Härtemessungen, Zugversuchen und Ermüdungsversuchen gezeigt [LU04, ROL06, DAIO08]. Es ist jedoch umstritten, ob die hohe Dauerfestigkeit nach SMAT primär ein Resultat der Druckeigenspannungen im Bereich der Oberfläche (analog zum Kugelstrahlen) oder des breiten kaltverfestigten Bereichs ist [LU09]. Ein weiterer positiver Effekt von SMAT der großes technologisches Potential bietet, ist die erhöhte Diffusionsrate und beschleunigte Kinetik bei anschließendem Plasmanitrieren, was eine deutliche Absenkung der Nitriertemperaturen erlaubt [TON04, LIN06].

2.3 Spaltprofilieren und Spaltbiegen

2.3.1 Verzweigte Strukturen

Im Leichtbau wird im Allgemeinen das Ziel verfolgt, das Eigengewicht einer Konstruktion zu minimieren, ohne dabei die Funktion, Sicherheit oder Langlebigkeit zu beeinflussen [RIN08]. Ansätze bieten sich hierbei im Bereich der Werkstoffauswahl und im Bereich der Geometrie der Konstruktionen. Eine strikte Trennung beider Bereiche ist jedoch nicht sinnvoll, da das Leichtbaupotential eines Werkstoffs nur durch angepasste Konstruktionen vollständig ausgenutzt werden kann und umgekehrt nicht jede Konstruktion mit allen Werkstoffen darstellbar ist.

Die Reduzierung des Gewichts von (nach aktuellem Stand der Technik gefertigten) Produkten aus Blech ist oftmals nicht ohne Einbußen bei der Tragfähigkeit möglich [GRO07c]. So können lokale Instabilitäten bei dünnwandigeren Strukturen schon bei geringen Lasten auftreten oder die Verbindungs- und Krafteinleitungsstellen versagen lokal zu früh. Ein effektives Mittel zur Erhöhung der kritischen Beulspannung ist die Erhöhung der Steifigkeit einer Konstruktion, welche sowohl vom Werkstoff (E-Modul) als auch von der Geometrie der Konstruktion (Widerstandsmoment) abhängig ist. Im Gegensatz zur Festigkeit ist die Steifigkeit eines Werkstoffs, d.h. dessen E-Modul, nach Festlegung der Werkstoffklasse (z.B. Stähle) nur in sehr geringem Umfang variabel. Seitens der Geometrie der Konstruktion besteht dagegen ein weitaus größerer Freiraum die Steifigkeit und damit die Widerstandsfähigkeit gegenüber Instabilitäten zu erhöhen, wobei verzweigte Strukturen diesbezüglich ein großes Potential bieten.

Wie in Abbildung 2.7 dargestellt, kann das Verhältnis der kritischen Beulspannung zur Bauteilmasse durch den Einsatz verzweigter Blechstrukturen deutlich erhöht werden. So kann die kritische Beulspannung einer Platte mit zwei Stegen gegenüber einer unverzweigten Platte gleichen Gewichts um den Faktor 16 und bei einer Platte mit zwei geflanschten Stegen um den Faktor 20 steigen. Werden zudem variable Blechdicken über die Blechbreite in Betracht gezogen, so ist eine Steigerung der spezifischen Steifigkeit einer Platte mit zwei Stegen um den Faktor 21 möglich.

Die Fertigung verzweigter Strukturen kann entweder differenziell oder integral erfolgen. Differenzielle Fertigungsweisen setzen den Einsatz von Fügeverfahren wie z.B. Schweißen, Nieten oder Kleben voraus, was stets mit ein oder mehreren zusätzlichen Prozessschritten verbunden ist und somit den Fertigungsaufwand erhöht. Neben dem wirtschaftlichen Aspekt gehen Fügeverfahren mit Gefügeveränderungen, Spannungskonzentrationen oder Materialdopplungen einher, so dass sich ihr Einsatz bei anspruchsvollen Konstruktionen mitunter verbietet [JÖC05]. Eine integrale Fertigung verzweigter Strukturen ist mittels Urformen, Massivumformung oder Zerspanen möglich. Diese konventionellen Verfahren sind entweder mit hohem Materialeinsatz (Zerspanvolumen) oder hohem Nachbearbeitungsaufwand infolge unzureichender Maßhaltigkeit verbunden. Eine Ausnahme stellt diesbezüglich das Strangpressen dar, welches aber im Wesentlichen auf leicht verformbare Werkstoffe wie Aluminium beschränkt ist. Die Bearbeitung von Stählen mittels Strangpressen ist aufgrund der

hohen erforderlichen Prozesskräfte und -temperaturen dagegen nicht wirtschaftlich. Folglich besteht ein Bedarf an Fertigungsverfahren zur Herstellung integral verzweigter Strukturen aus Stählen.

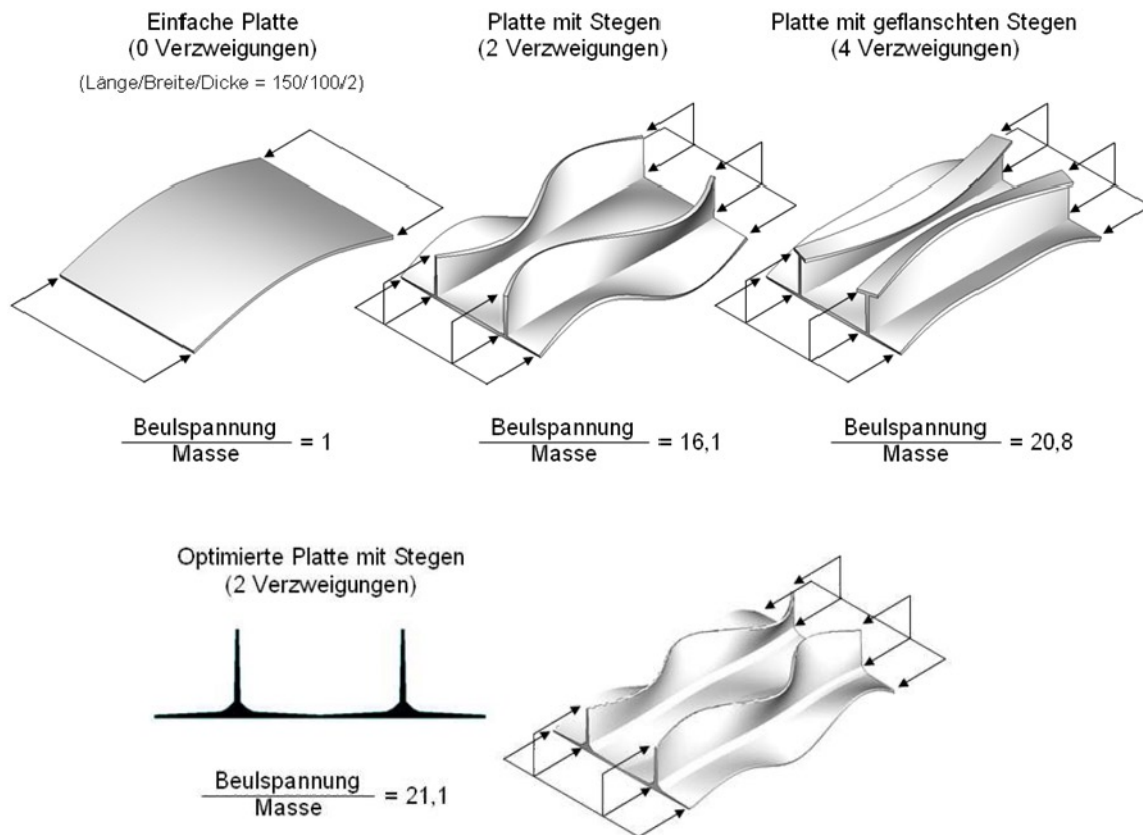


Abbildung 2.7: Beulen von Integralplattenprofilen mit relativen Zahlenangaben [GRO07c].

2.3.2 Grundlagen des Spaltprofilierens

Spaltprofilieren ist ein Massivumformverfahren zur Herstellung integral verzweigter Blechstrukturen. Als Ausgangsmaterial dient ein ebenes Blech, das ausgehend von den Bandkanten in ein verzweigtes Profil mit einem Steg und je zwei Flanschen pro Bandkante umgeformt wird. Die Umformung erfolgt bei Raumtemperatur durch ein feststehendes Werkzeugsystem, bestehend aus zwei zylindrischen Hilfswalzen und je einer stumpfwinkligen Spaltwalze pro Seite (Abbildung 2.8). Die Hilfswalzen stabilisieren das Blech in seiner Ebene und verhindern ein Ausbeulen oder Knicken des Materials. Die Spaltwalze greift in die Bandkante ein, wodurch das Material entlang der Oberfläche der Spaltwalze fließt und Flansche ausbildet. Der Vorschub des Blechs in x-Richtung erfolgt entweder durch ein separates Walzgerüst oder durch angetriebene Hilfswalzen im Spaltprofiliergerüst [GRO06, GRO07a, GRO07b].

Die Endgeometrie des Profils wird durch mehrere diskrete Umformschritte erreicht, bei denen die Spaltwalze um die inkrementelle Spalttiefe y_{inc} zugestellt und die Breite der Hilfswalzen um den gleichen Betrag reduziert wird (Abbildung 2.8), wodurch die eingestellte Flanschdicke s_f konstant bleibt. Dies erfolgt entweder

diskontinuierlich im Reversierbetrieb an einem einzelnen Gerüst oder kontinuierlich an mehreren aufeinanderfolgenden Gerüsten. Die Länge der Flansche erhöht sich in jedem Umformschritt, während die Breite des Stegs abnimmt. Die Gesamtpalattiefe y_t ergibt sich damit aus der Summe der inkrementellen Spalattiefen und der Anzahl an Umformschritten n :

$$y_t = \sum_{i=0}^n y_{inc,i}$$

Gleichung 2.4

Die Kontaktfläche zwischen Spaltwalze und Material wird als Flanschoberseite definiert. Die Flanschunterseite entspricht der Fläche, die während der Umformung in Kontakt mit dem Radius der Hilfswalze stand [GRO06b]. Eine Nomenklatur für Spaltprofilgeometrien wurde von Jöckel eingeführt und setzt sich aus den folgenden Systemparametern zur Walzengeometrie und zur Geometrie des Bauteils zusammen [JÖC05]:

- Flankenwinkel der Spaltwalze: α [°]
- Arbeitsradius der Spaltwalze: R [mm]
- Arbeitsradius der Hilfswalzen: h [mm]
- Blechdicke des Halbzeugs: s_0 [mm]
- Eingestellte Flanschdicke: s_f [mm]

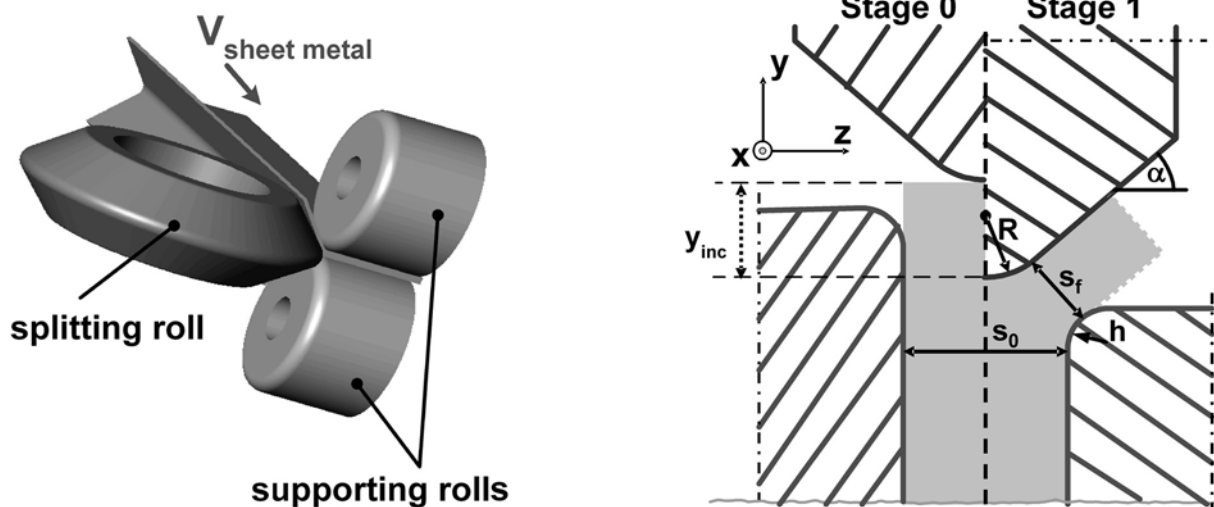


Abbildung 2.8: Verfahrensprinzip und geometrische Kenngrößen des Spaltprofilierens [MÜL08].

Beim Spaltprofilieren treten, bedingt durch die geometrische Anordnung der Walzen und des Materials, hohe hydrostatische Druckspannungen in der Prozesszone auf, die das Formänderungsvermögen des Werkstoffs erhöhen. Die Höhe der hydrostatischen Druckspannungen beim Spaltprofilieren von ZStE500 beträgt FE-Simulationen zufolge 1,5 bis 2 GPa [MÜL07]. Die Kombination aus hohen plastischen Dehnungen und hydrostatischen Druckspannungen führt bereits nach wenigen Umformschritten zur Ausbildung eines UFG Gefüges in der Prozesszone [BOH08, MÜL08]. Sobald ein stabiles UFG erzeugt wird, erreicht die Prozesszone einen stationären Zustand, d.h. Gefüge und mechanische Eigenschaften ändern sich auch mit zunehmender Spalattiefe bzw. zunehmendem Umformgrad nicht mehr. Ein derartiger stationärer Zustand ist

charakteristisch für UFG Gefüge und ermöglicht es dem Material unbegrenzt hohe Umformgrade ohne Rissbildung zu ertragen. Für den Prozess des Spaltprofilierens bedeutet dies, dass die maximale Spalttiefe nicht durch den Werkstoff limitiert ist, sofern in den ersten Umformschritten ein stabiles UFG Gefüge ohne Rissbildung ausgebildet werden kann [MÜL08]. Die Erzeugung von UFG Gefügen ist somit eine notwendige Bedingung zur Überwindung werkstoffseitiger Prozessgrenzen, jedoch im Gegensatz zu etablierten SPD Verfahren nicht das primäre Ziel des Prozesses.

Bedingt durch die lokal sehr unterschiedlichen Dehnungen in der Prozesszone sind die Gefüge und mechanischen Eigenschaften von Spaltprofilen stets mit Gradienten behaftet. Dies beschränkt sich jedoch mit Ausnahme der Flanschspitzen auf einen Gradienten in Richtung der Normalen zur Flanschoberseite. Die Entstehung dieses charakteristischen Gradienten und die konstanten Eigenschaften in der Flanschebene können anhand eines einfachen Modells zum Werkstofffluss in der Prozesszone veranschaulicht werden (Abbildung 2.9). Die Eigenschaften im Flansch sind abhängig von der Verformungshistorie des Materials und damit von dem Weg, auf dem es die Prozesszone durchlaufen hat. Mit Erreichen eines stationären Zustands bleiben auch die Fließwege und die lokalen Dehnungszustände in der Prozesszone konstant. Somit sind die lokalen Gefüge und mechanischen Eigenschaften nur noch eine Funktion des Abstands zur Flanschoberseite, was auch experimentell bestätigt wurde [BOH10]. Dies gilt jedoch nicht für den Bereich der Flanschspitzen, der vor Erreichen einer stationären Prozesszone ausgebildet wird.

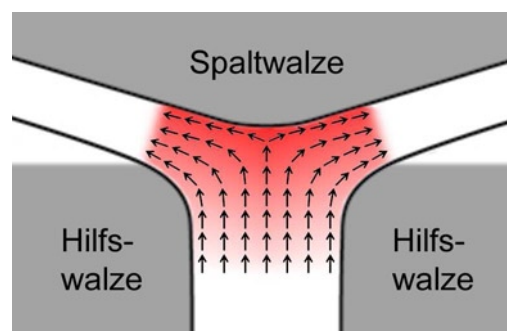


Abbildung 2.9: Schematischer Werkstofffluss durch die Prozesszone (rot) beim Spaltprofilieren.

2.3.3 Grundlagen des Spaltbiegens

Das Spaltbiegen ist wie das Spaltprofilieren ein Massivumformprozess zur Herstellung integral verzweigter Blechstrukturen. Das Werkzeugsystem ist bei beiden Prozessen vergleichbar, jedoch werden beim Spaltbiegen vorgebogene Bleche als Halbzeuge verwendet (Abbildung 2.10). Die Flanschausbringung erfolgt durch Eingriff einer einzigen Spaltwalze in die Biegekante und ist somit nicht wie beim Spaltprofilieren auf die Bandkanten beschränkt [RIN08].

Die Entstehung von Spaltbiegeprofilen erfolgt in drei Phasen, die in Abbildung 2.11 dargestellt sind. In der ersten Phase wird das vorgebogene Blech im Bereich des Biegeradius durch Zustellen der Spaltwalze bis auf die halbe Ausgangsblechdicke gedünnt. In der zweiten Phase wird die Spaltwalze in mehreren Umformschritten

jeweils um die inkrementelle Spalttiefe y_{inc} zugestellt und die Breite der Hilfswalzen um den gleichen Betrag reduziert. Die zweite Phase ist abgeschlossen, sobald der Bereich zwischen den Hilfswalzenradien und dem Radius der Spaltwalze vollständig ausgefüllt ist. In der dritten Phase wird die Spaltwalze weiter um y_{inc} zugestellt und die Breite der Hilfswalzen entsprechend reduziert, bis die Gesamtsplattiefe y_t erreicht ist. Hierbei wird ein Flansch ausgebracht, dessen Länge mit der Splattiefe zunimmt. Ab der dritten Phase entspricht das Spaltbiegen in etwa den Verfahrensmechanismen des Spaltprofilierens [RIN08].

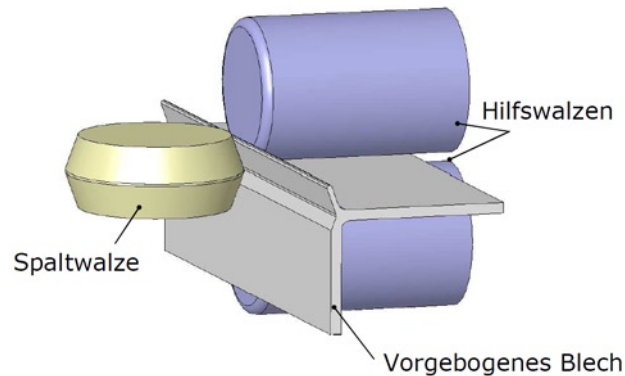


Abbildung 2.10: Verfahrensprinzip des Spaltbiegens [RIN07].

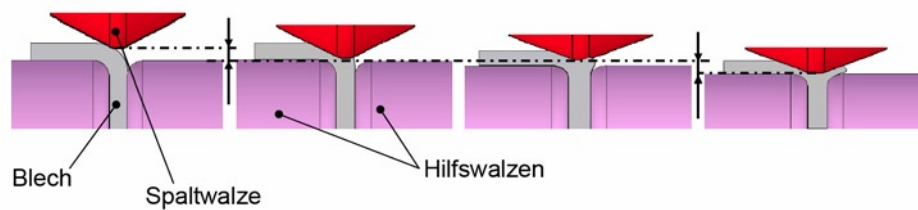


Abbildung 2.11: Profilentstehung und einzelne Umformphasen beim Spaltbiegen [RIN08].

2.4 Eigenschaften von UFG Werkstoffen

Die bei SPD Verfahren in den Werkstoff eingebrachten Dehnungen führen neben einer Kornfeinung auch zwangsläufig zur Änderung von Eigenschaften, die direkt mit der Korngröße verknüpft sind. Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften, wie z.B. auf die statische Festigkeit, die Duktilität und das Ermüdungsverhalten, sind für Anwendungen als Konstruktionswerkstoffe von großer Bedeutung und werden in den folgenden Abschnitten genauer betrachtet. Eine weitere herausragende Eigenschaft ist das superplastische Verformungsverhalten bei gegenüber CG Werkstoffen höheren Dehnraten oder niedrigen Temperaturen [VAL97, VAL00, FIG08]. Neben den genannten mechanischen Eigenschaften zeigen UFG Werkstoffe aber auch in Bereichen, in denen eine direkte Korrelation mit der Korngröße nicht zwangsläufig zu erwarten ist, ein anderes Verhalten als CG Werkstoffe. So können beispielsweise der Elastizitätsmodul [AKH93, LEB95, LIU03], die Korrosionseigenschaften [VIN99, YAM01, BAL04], die Debye-Temperatur [VAL91], die Curie-Temperatur [MUL92], die Sättigungsmagnetisierung [VAL00] oder die Diffusionseigenschaften [BAR05] durch SPD Prozesse beeinflusst werden.

2.4.1 Statische Festigkeit

Eine der wesentlichen Eigenschaften, die das wissenschaftliche und technologische Interesse an metallischen Werkstoffen mit UFG Gefüge begründet, ist ihre hohe Streckgrenze. Gemäß der Hall-Petch-Beziehung ergibt sich die Streckgrenze R_e aus der Hall-Petch-Konstanten k' , der Korngröße d und der Streckgrenze des jeweiligen Werkstoffs in einem sehr grobkörnigen untexturierten Zustand (σ_0) [HAL51, PET53]:

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k'}{\sqrt{d}} \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Physikalisch lässt sich die Hall-Petch-Beziehung über den Versetzungsaufstau an Korngrenzen erklären. Wird an einen polykristallinen metallischen Werkstoff eine äußere mechanische Spannung angelegt, die groß genug ist, um die Peierls-Spannung zu überwinden, so kommt es zur Versetzungsbewegung innerhalb einzelner Körner. Diese beginnt in Körnern, deren Gleitsysteme gegenüber der äußeren Spannung günstig orientiert sind, d.h. einen hohen Schmid-Faktor aufweisen. Die Verformung eines solchen Korns muss von den benachbarten Körnern kompensiert werden, was zu elastischen Spannungen führt. Die Spannung an der Korngrenze des verformten Korns ist abhängig von der Schubspannung und der Anzahl der aufgestauten Versetzungen im Gleitsystem. Die Anzahl der Versetzungen ist wiederum von der freien Gleitlänge abhängig, die proportional zur Korngröße ist. Somit ergibt sich eine Abhängigkeit der Spannung an der Korngrenze von der Korngröße. Je höher die Spannung an der Korngrenze ist, desto eher kann im Nachbarkorn die kritische Schubspannung eines Gleitsystems überwunden und Verformung durch Versetzungsbewegung ausgelöst

werden. Mit Erreichen der Streckgrenze erfasst dieser Prozess das gesamte Gefüge, d.h. alle Körner tragen durch Versetzungsbewegung zur makroskopischen Formänderung bei [GOT07]. Mathematische Herleitungen von Gleichung 2.5 findet sich in vielen Lehrbüchern, z.B. von Dieter [DIE88] oder Gottsteiner [GOT07].

Streng genommen gilt Gleichung 2.5 nur für rekristallisierte Gefüge, da Aspekte wie die Versetzungsdichte oder Subkornstrukturen, die ebenfalls zur Festigkeit beitragen, nicht berücksichtigt werden. Dennoch wird Gleichung 2.5 in der Literatur häufig bei durch SPD erzeugten UFG Werkstoffen verwendet, wobei sich in vielen Fällen eine gute Übereinstimmung findet [SER01, SHI02, TSU02]. Typischerweise treten dabei jedoch höhere Werte für k' und mitunter auch negative Werte für σ_0 auf [BOW04, HAN04]. Eine Erweiterung der Hall-Petch-Beziehung für kaltverfestigte Zustände, die zwischen den Beiträgen von HAGBs und verformungsinduzierten LAGBs differenziert, wurde von Hansen aufgestellt [HAN04]:

$$R_e = \sigma_0 + M\alpha G \sqrt{1,5bS_v\Theta_{LAGB}(1-f)} + k' \sqrt{\frac{S_v}{2}} f \quad \text{Gleichung 2.6}$$

Hierbei sind M der Taylor-Faktor, G der Schubmodul, α eine Konstante, b der Burgers-Vektor, S_v die Korngrenzflächendichte (HAGBs+LAGBs), Θ_{LAGB} der mittlere Verkipfungswinkel verformungsinduzierter LAGBs und f der HAGB-Anteil im Gefüge. Ob der Verfestigungsbeitrag von LAGBs nur durch die Spannungsfelder individueller Versetzungen oder aber analog zu HAGBs als unüberwindbare Barriere beschrieben werden kann, ist bislang nicht geklärt. Mathematische Abschätzungen des kritischen Winkels Θ_c , ab dem LAGBs ein mit HAGBs vergleichbares Hindernis für Versetzungsbewegung darstellen, führt abhängig vom Werkstoff zu sehr geringen Werten von $0,2 - 3^\circ$ [HAN05, KAM09].

Unabhängig davon ob die Hall-Petch-Beziehung in ihrer Grundform oder mit Erweiterungen verwendet wird, zeigt sich, dass die Streckgrenze bei Reduzierung der Korngröße vom CG ($> 10 \mu\text{m}$) in den UFG Bereich oft um ein Vielfaches steigt (Abbildung 2.12). In diesem Zusammenhang muss jedoch berücksichtigt werden, dass bei UFG Metallen häufig Abweichungen von der an CG Gefügen bestimmten Proportionalität zwischen R_e und $d^{-1/2}$ auftreten. So nimmt der Hall-Petch-Koeffizient k' bei Korngrößen $< 1 \mu\text{m}$ in vielen Fällen ab, in wenigen Fällen jedoch auch zu. Eine mögliche Ursache für das häufig beobachtete Abflachen der Hall-Petch Geraden liegt in der geringen Anzahl der aufgestauten Versetzungen [PAN93, SON06]. So weichen die exakten Lösungen für den Versetzungsaufstau ab $n < 20$ Versetzungen (bzw. Korngrößen $< 0,8 \mu\text{m}$) deutlich von der konventionellen Kontinuums-Lösung ab. Bei sehr geringen Korngrößen $< 100 \text{ nm}$ wird z.T. auch eine negative Steigung (inverser Hall-Petch-Effekt) beobachtet, der auf einem Mechanismenwechsel von versetzungsbasierter Verformung hin zu Korngrenzgleiten basiert [HAH97, SCH03, CAR07]. Eine überproportionale Zunahme der Festigkeit wurde von Valiev et al. an Al-Legierungen mit hohen Mg-Anteilen nachgewiesen [VAL10]. Der Effekt wird von den Autoren auf eine Segregation des Mg an den Korngrenzen zurückgeführt, wo es die Emission von Versetzungen behindert.

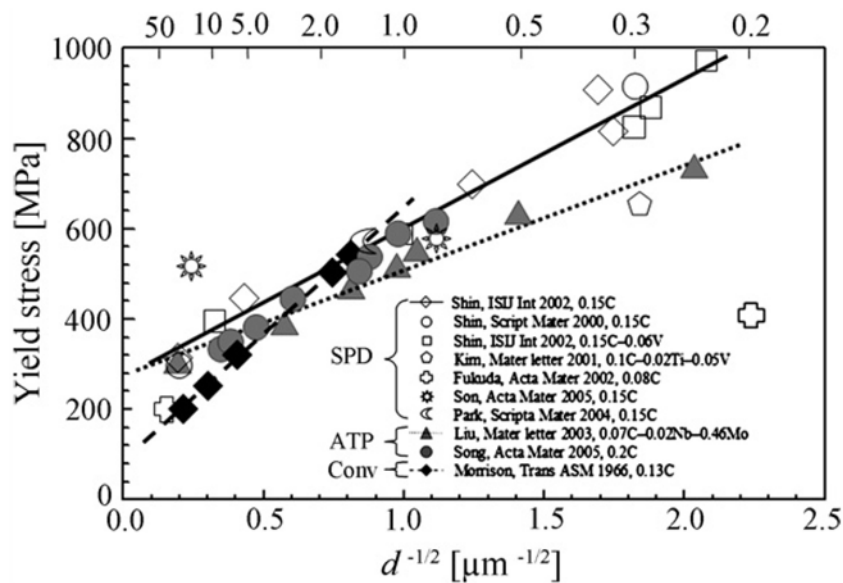


Abbildung 2.12: Hall-Petch-Beziehung für krz Stähle. Die Korngrößen wurden sowohl durch SPD Verfahren (offene Symbole) als auch durch thermomechanische Prozesse (geschlossene Symbole) eingestellt [SON06].

Zugversuche an wärmebehandelten UFG Werkstoffen mit starker Erholungsneigung (wie z.B. Aluminium oder niedriglegierte Stähle) zeigen häufig ein Phänomen, das als „yield drop“ bezeichnet wird [TSU02, YU05]. Dabei nimmt die Festigkeit nach Erreichen der Streckgrenze rapide ab und stabilisiert sich anschließend auf einem niedrigeren Niveau für einen gewissen Dehnungsbereich, bis es schließlich zur Einschnürung kommt (Abbildung 2.13). Weiterhin ist auffällig, dass mit dem „yield drop“ Effekt Streckgrenzen einhergehen, die deutlich höher liegen als anhand der Hall-Petch-Beziehung (inklusive etablierter Erweiterungen) zu erwarten wäre [KAM09].

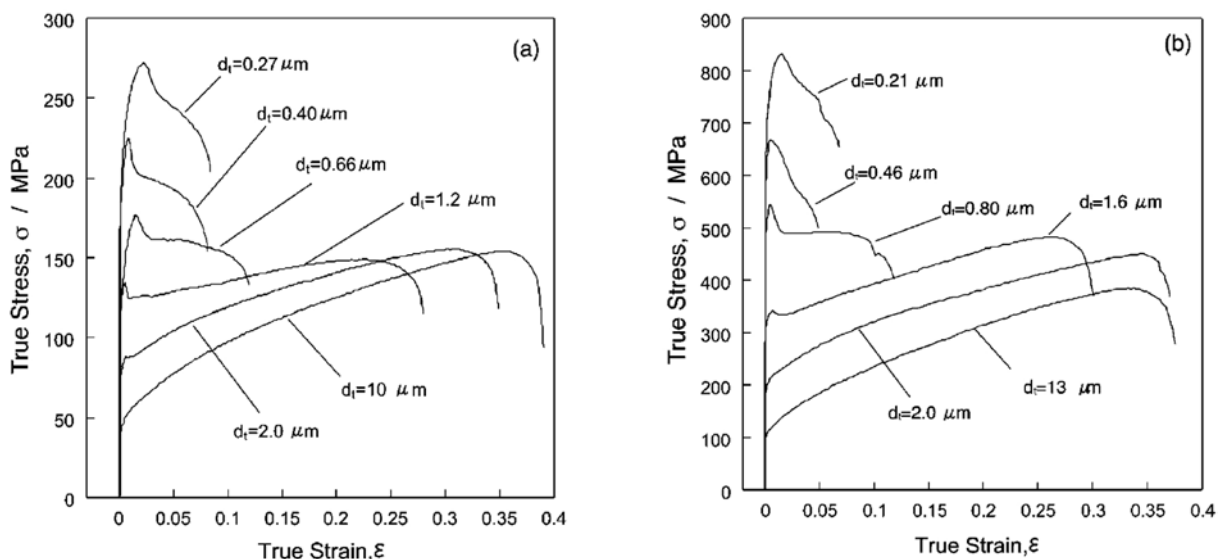


Abbildung 2.13: Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven von (a) 1100-Al und (b) IF Stahl mit verschiedenen Korngrößen, eingestellt durch ARB und anschließende Wärmbehandlung [TSU02].

Der Effekt ähnelt in gewisser Weise dem Spannungs-Dehnungs-Verhalten kohlenstoffarmer Stähle mit oberer und unteren Streckgrenze sowie anschließender Lüders-Dehnung. Im Gegensatz zur klassischen Lüders-Dehnung, die auf das Losreißen vorhandener Versetzungen von umgebenden Cottrell-Wolken zurückgeführt wird, ist der „yield drop“ in UFG Werkstoffen korngößenabhängig. So wird die Abnahme der Festigkeit nach Überschreiten der Streckgrenze mit zunehmender Korngröße geringer und verschwindet meist im Bereich von 1 bis 2 μm [TSU02]. Darüber hinaus haben Yu et al. gezeigt, dass der „yield drop“ ebenfalls verschwindet, wenn das Material nach der Wärmebehandlung plastisch verformt wird [YU05]. Zwei gegensätzliche Erklärungen für den „yield drop“ Effekt werden von Segal et al. sowie von Kamikawa et al. gegeben.

Segal et al. [SEG06] führen den Effekt auf einen Übergang zwischen zwei verschiedenen Verformungsmechanismen zurück, die sich bei UFG Werkstoffen etwa im Gleichgewicht befinden. Diese sind einerseits klassisches Versetzungsgleiten innerhalb der Körner und andererseits Korngrenzgleiten und Kornrotation. Unter Zugbelastung findet die plastische Verformung anfänglich entlang von Scherbändern, die während des SPD Prozesses entstanden sind, statt, was nach Aussage der Autoren überwiegend durch Korngrenzgleiten bzw. Kornrotation erfolgt. Mit zunehmender Verformung vollzieht sich ein geometrisch bedingter Übergang zur Versetzungsgleitung innerhalb der Körner. Durch die Wärmebehandlung findet eine Erholung statt, wodurch die Versetzungsdichte innerhalb der Körner abgebaut wird. Dies reduziert den Widerstand gegen Versetzungsbewegung, so dass beim Übergang von Korngrenzgleitung zu Versetzungsbewegung eine Festigkeitsabnahme beobachtet wird, die ohne Erholung, d.h. im kaltverfestigten Zustand, nicht auftritt.

Nach Kamikawa et al. ist der „yield drop“ auf das Fehlen von mobilen Versetzungen und Versetzungsquellen im erholten Gefüge zurückzuführen [HUA09, KAM09]. So wirken Korngrenzen als Senken für Versetzungsquellen und mobile Versetzungen, wodurch diese während der Wärmebehandlung überwiegend an nahegelegenen Korngrenzen annihiliert werden, was experimentell mittels TEM bestätigt wurde [HUA06]. Folglich müssen für eine plastische Verformung des erholten Zustands neue bzw. alternative Versetzungsquellen aktiviert werden. Dies erfordert höhere Schubspannungen und erklärt die (gemäß der Hall-Petch-Beziehung) unerwartet hohe Streckgrenze. Das Verschwinden des „yield drop“ nach plastischer Verformung im erholten Zustand wird hieraus plausibel, da auf diesem Weg mobile Versetzungen und Versetzungsquellen generiert werden.

2.4.2 Duktilität

Die hohe mechanische Festigkeit von UFG Metallen ist nur in wenigen Fällen ein Alleinstellungsmerkmal, da in vielen Legierungssystemen ähnliche oder z.T. höhere Festigkeiten auch anderweitig erzielt werden können. Beispiele hierfür sind u.a. ODS Legierungen (Partikelverstärkung) [GUO05] oder martensitische Stähle (metastabile Phase). Der Nachteil vieler festigkeitssteigernder Maßnahmen ist jedoch, dass sie zu einer Reduzierung der Duktilität führen und sich somit nachteilig auf Aspekte wie die

Formgebung und die Schadenstoleranz auswirken. Die Feinkornhärtung ist dagegen der einzige Mechanismus, der sowohl die Festigkeit als auch die Duktilität erhöht [CAH96]. Daher versprechen UFG Werkstoffe eine Kombination aus hoher Festigkeit und hoher Duktilität, die im Gegensatz zur klassischen Kaltverfestigung nicht mit einer Abnahme der Duktilität erkauft wird. Dies verdeutlicht die Darstellung von Streckgrenzen und Bruchdehnungen reiner und kaltgewalzter Metalle in Abbildung 2.14. So führt eine Kaltverfestigung, wie am Beispiel von Cu und Al gezeigt, zur Erhöhung der Streckgrenze jedoch auf Kosten der Bruchdehnung. Dagegen weisen durch SPD erzeugtes Cu und Ti gegenüber dem CG Zustand neben einer höheren Festigkeit auch eine gleichbleibende oder sogar höhere Bruchdehnung auf. Als mögliche Erklärung für dieses außergewöhnliche Werkstoffverhalten führen Valiev et al. zusätzliche Verformungsmechanismen durch Korngrenzgleiten und Kornrotation an [VAL02]. Diese Erklärung ist jedoch umstritten, da Korngrenzgleiten als diffusionsgesteuerter Prozess von der homologen Temperatur abhängig ist und für die meisten Metalle bei RT nur bei sehr geringen Dehnraten zu erwarten wäre.

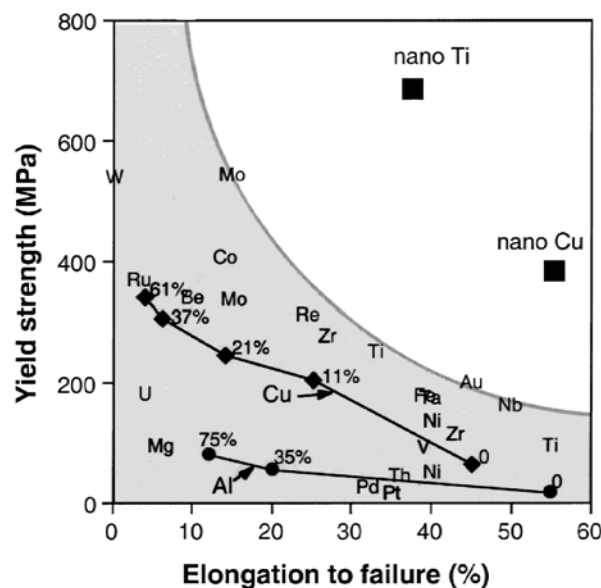


Abbildung 2.14: Festigkeitssteigerung und Verringerung der Duktilität an kaltgewalztem Cu und Al in Relation zur Kombination aus hoher Festigkeit und Duktilität bei mittels SPD verformten Ti und Cu [VAL02].

Aus heutiger Sicht müssen die optimistischen Darstellungen früherer Publikationen zur hohen Duktilität von UFG Werkstoffen in vielen Fällen relativiert werden. Dies ist im Wesentlichen auf die Verwendung nicht normgerechter Zugproben in Verbindung mit der Bruchdehnung als Maß für die Duktilität zurückzuführen. Bedingt durch die im Labormaßstab erzeugten geringen Probenvolumina wurden häufig stark verkürzte Zugproben verwendet, wobei Breite und Dicke nicht entsprechend reduziert wurden. Dies führt zu einer deutlichen Erhöhung der Bruchdehnung, was durch systematische Fehler in den zur Dehnungsmessung verwendeten Verfahren oft noch verstärkt wird [ZHA09].

Aus technologischer Sicht, z.B. unter dem Aspekt der nachträglichen Umformung von UFG Halbzeugen, ist die Bruchdehnung weniger relevant als die Gleichmaßdehnung,

d.h. die Dehnung ab der plastische Instabilität und damit lokalisierte Verformung auftritt. Eine Betrachtung der Spannungs-Dehnungs-Kurven in der Literatur zeigt, dass UFG Werkstoffe typischerweise kurz nach Erreichen der Streckgrenze bereits einschnüren und dementsprechend eine geringe Gleichmaßdehnung aufweisen (Abbildung 2.13). Dennoch sind UFG Werkstoffe nicht spröde, da sie sich im Bereich der Einschnürung duktil verformen. Somit bieten diese Werkstoffe zwar prinzipiell die technologisch attraktive Kombination aus hoher Festigkeit und Duktilität, jedoch ist die Duktilität technologisch oft nicht nutzbar, da bereits bei geringen Dehnungen plastische Instabilität auftritt. Dies beruht auf dem geringen Verfestigungsvermögen von UFG Werkstoffen, wodurch das Hart-Kriterium für plastische Instabilität bereits bei geringen Dehnungen erfüllt ist [HAR67]:

$$\frac{1}{\sigma} \left(\frac{\delta \sigma}{\delta \epsilon} \right)_\epsilon + m - 1 \leq 0 \quad \text{Gleichung 2.7}$$

Hierbei entspricht der erste Term der normalisierten Verfestigungsrate und m der Dehnratenempfindlichkeit. Die Dehnratenempfindlichkeit von durch SPD erzeugten UFG Werkstoffen ist meist sehr gering, d.h. $m \approx 0$ [WAN09], so dass Gleichung 2.7 in das Considère-Kriterium für plastische Instabilität übergeht:

$$\sigma \geq \left(\frac{\delta \sigma}{\delta \epsilon} \right)_\epsilon \quad \text{Gleichung 2.8}$$

Abbildung 2.15 zeigt, dass eine geringe Gleichmaßdehnung gemäß dem Considère-Kriterium eine direkte Konsequenz der hohen Streckgrenze von UFG Werkstoffen ist. Das geringe Verfestigungsvermögen kann phänomenologisch auf eine ausgeprägte dynamische Erholung, d.h. auf das Gleichgewicht aus Versetzungserzeugung und Versetzungsannihilation während der Verformung, zurückgeführt werden.

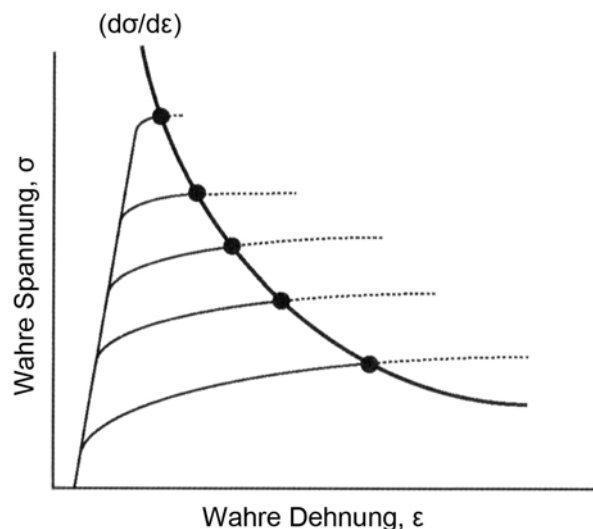


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung der abnehmenden Gleichmaßdehnung bei zunehmender Streckgrenze gemäß dem Considère-Kriterium, nach [TSU09].

Eine weit verbreitete Methode zur Erhöhung des Verfestigungsvermögens und somit zur Steigerung der Gleichmaßdehnung in UFG Werkstoffen ist ein Erholungsglühen nach dem SPD Prozess [TSU02, FAN07, MAJ07]. Dies führt zu einem Abbau der Versetzungsdichte, insbesondere der zufälligen (geometrisch nicht notwendigen) Versetzungen im Bereich der Korngrenzen. Eine Zunahme der Gleichmaßdehnung nach Erholung erfolgt jedoch meist auf Kosten der Festigkeit und entspricht somit der Darstellung des Considère-Kriteriums in Abbildung 2.15. Ein alternatives Verfahren zur Erhöhung der Gleichmaßdehnung, das nicht mit einer Abnahme der Festigkeit einhergeht, ist das Einbringen bzw. Ausscheiden feinverteilter Zweitphasen [PAR01a, HOR05, SHI05, HOC09]. Darüber hinaus diskutieren Wang und Ma drei weitere Strategien, die eine Erhöhung der Gleichmaßdehnung in UFG Werkstoffen ermöglichen und zeigen deren Potential am Beispiel von UFG Cu [WAN04] (Abbildung 2.16).

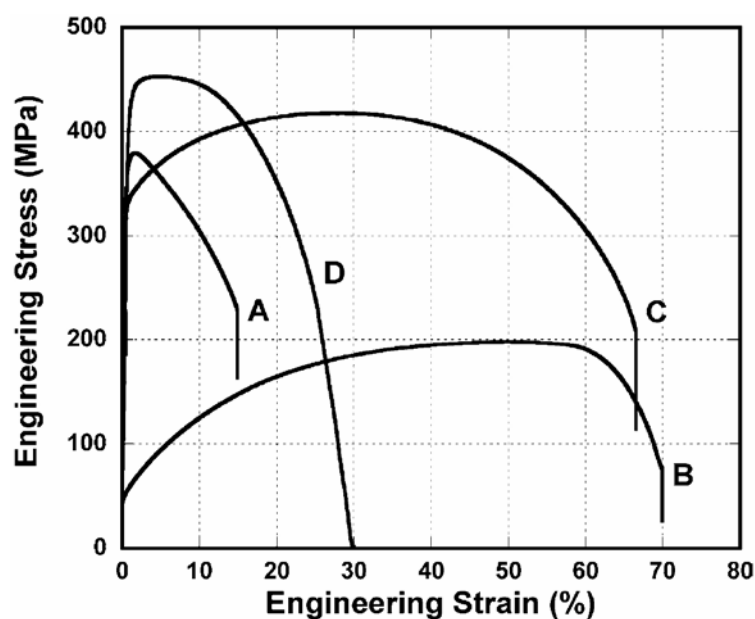


Abbildung 2.16: Spannungs-Dehnungs-Kurven von Kupfer mit unterschiedlichem Gefüge, A) UFG nach ECAP, B) konventionelle Korngröße, C) bimodal UFG nach teilweiser Rekristallisation, D) UFG nach ECAP und anschließendem Walzen bei 77K [WAN04].

Der erste Ansatz besteht darin eine bimodale oder multimodale Korngrößenverteilung durch unvollständige Rekristallisation mithilfe von Kurzzeitwärmebehandlungen einzustellen. Dabei soll das Kaltverfestigungsvermögen der rekristallisierten Körner mit der hohen Festigkeit der UFG Matrix kombiniert werden. Es ist jedoch fraglich, in welchem Umfang der Ansatz auf Werkstoffe, die zur Erholung neigen (Metalle mit mittlerer/hocher Stapelfehlerenergie) übertragbar ist. Ein ähnlicher Ansatz ist die Kombination von UFG/NC Blechen mit CG Blechen durch ein roll-bond Verfahren, wie von Chen et al. vorgestellt [CHE08]. Der zweite Ansatz besteht darin das Verfestigungsvermögen über eine Erhöhung der Versetzungsdichte im UFG Gefüge zu steigern. Dies ist durch eine nachträgliche Umformung bei sehr niedrigen Temperaturen (77K) und/oder sehr hohen Dehnraten möglich, wodurch eine dynamische Erholung im Werkstoff weitgehend unterdrückt wird. Der dritte Ansatz besteht in einer Ausnutzung der Dehnratenabhängigkeit von m in Gleichung 2.7. Mit zunehmender Dehnrate steigt der Wert für m leicht an, wobei höhere Werte gemäß dem Hart-Kriterium das Auftreten plastischer

Instabilität verzögern. Es ist jedoch fraglich, ob der Effekt ausreicht, um deutliche Steigerungen der Gleichmaßdehnung zu ermöglichen, da sich am Beispiel von Cu nur geringfügige Änderungen zeigen. Demgegenüber wurde von Sabirov et al. an einer Al-Legierung ein entgegengesetzter Effekt beobachtet [SAB08]. So führte eine Reduzierung der Dehnrates von 10^{-2} auf 10^{-5} s^{-1} zu einem deutlichen Anstieg der Gleichmaßdehnung von 2 auf 20 %. Die Autoren führen dies auf den dehnratenabhängigen Prozess der Korngrenzgleitung zurück, der die Umwandlung von Mikro- zu Makroscherbändern unterdrückt und somit die Ausbildung einer plastischen Instabilität verzögert.

2.4.3 Ermüdungseigenschaften

In der Praxis tritt Bauteilversagen unter statischer Last, d.h. analog zum Zugversuch bei Überschreiten der Zugfestigkeit R_m , weitaus seltener auf als ein Versagen unter zyklischer Beanspruchung [HAA94]. Demzufolge sind die Ermüdungseigenschaften metallischer Konstruktionswerkstoffe für Anwendungsbereiche, in denen Lastwechsel auftreten, wie z.B. im Automobilbau oder der Luftfahrt, technologisch oftmals von größerer Bedeutung als die statische Festigkeit.

Ein Vergleich der Ermüdungseigenschaften von Werkstoffen mit UFG und CG Gefüge anhand klassischer Wöhler-Linien (spannungsgeregelte Versuche) ergibt stets eine höhere Ermüdungslebensdauer im UFG Zustand (Abbildung 2.17). Dies gilt gleichermaßen für die Bereiche der Low Cycle Fatigue (LCF, $N < 5 \cdot 10^4$) und der High Cycle Fatigue (HCF, $5 \cdot 10^4 < N < 10^7$) aller bislang untersuchten Werkstoffe [OKA08, HÖP09].

Der Einfluss von UFG Gefügen auf die Ermüdungseigenschaften im Bereich der Very High Cycle Fatigue (VHCF, $N > 10^7$) wurde bislang nur an Kupfer untersucht, so dass diesbezüglich noch keine generellen Aussagen getroffen werden können. Die Arbeiten von Kunz et al. und Khatibi et al. zeigen, dass Cu (99,9%) nach ECAP bzw. HPT auch im VHCF Bereich eine höhere Lebensdauer aufweist als im Ausgangszustand mit CG Gefüge [KUN06, KHA10]. Bei hochreinem Cu (99,99%) überschneidet sich dagegen die Ermüdungslebensdauer von UFG und CG Gefüge im Bereich von 10^7 bis 10^8 Lastwechseln. Für $N < 10^7$ weist UFG Cu höhere und für $N > 10^8$ niedrigere Lebensdauern auf als CG Cu [KHA10]. Dieser Effekt kann auf eine lokale zyklische Entfestigung durch Kornvergrößerung in hochreinem UFG Cu zurückgeführt werden. Bei geringerer Reinheit weisen die Korngrenzen, bedingt durch Verunreinigungen, eine höhere Stabilität auf, so dass keine signifikante Vergrößerung auftritt.

Die Aussage, dass eine Kornfeinung in den UFG Bereich generell zu einer Erhöhung der Ermüdungslebensdauer führt, gilt jedoch nur solange Spannungsamplituden ($\Delta\sigma/2$) als Maß für die Belastung des Werkstoffs verwendet werden. Bei einer Betrachtung der Lebensdauer in Abhängigkeit von Dehnungsamplituden ($\Delta\varepsilon/2$) überschneiden sich dagegen die Kurven von UFG und CG Material aller bislang untersuchten Werkstoffe mit Ausnahme von Titan [HÖP09]. Dabei weisen UFG Werkstoffe bei hohen plastischen Dehnungsamplituden (LCF Bereich) eine geringere Lebensdauer und bei geringen plastischen Dehnungsamplituden (HCF Bereich) eine höhere Lebensdauer auf als CG Werkstoffe (Abbildung 2.18).

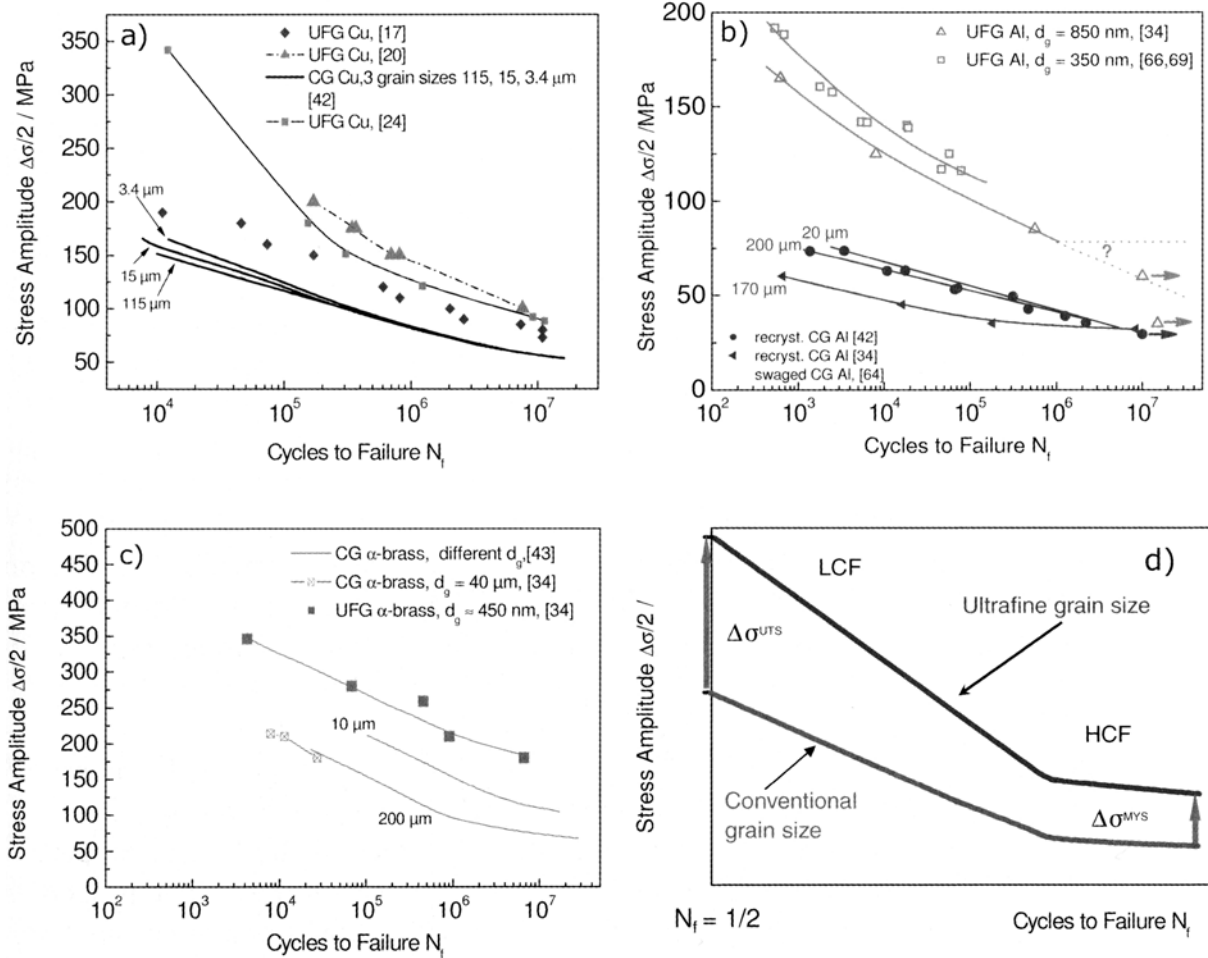


Abbildung 2.17: Wöhler-Kurven für a) Kupfer, b) Aluminium, c) α -Messing und d) schematisch für UFG und CG Gefüge [HÖP09].

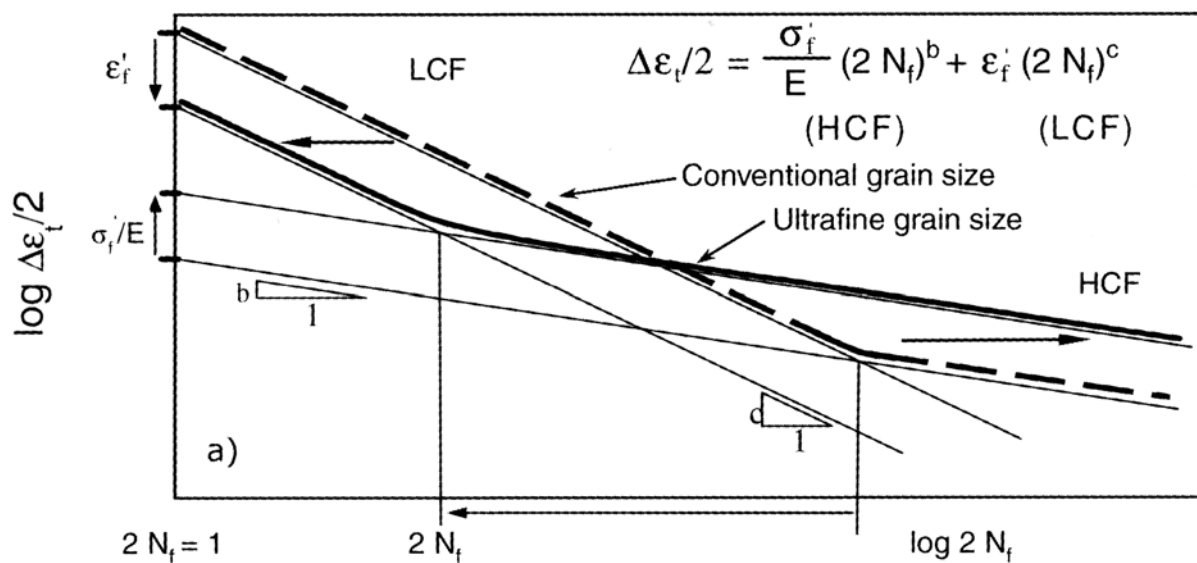


Abbildung 2.18: Schematisches Dehnungs-Lebensdauer-Diagramm für UFG und CG Werkstoffe [MUG01].

Dieses Verhalten kann mithilfe der Gesetze von Coffin-Manson und Basquin beschrieben werden. Die gesamte Dehnungsamplitude ($\Delta\varepsilon/2$) setzt sich zusammen aus dem elastischen Anteil ($\Delta\varepsilon_{el}/2$) und dem plastischen Anteil ($\Delta\varepsilon_{pl}/2$):

$$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_{el}}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad \text{Gleichung 2.9}$$

Hierbei sind σ'_f der Festigkeits-Koeffizient (Basquin), E der E-Modul, N_f die Bruchlastspielzahl, ε'_f der Duktilitäts-Koeffizient (Coffin-Manson) sowie b und c jeweils Konstanten des Basquin und Coffin-Manson Terms. Eine Kornfeinung mittels SPD führt zu einer deutlichen Erhöhung der Festigkeit und Reduzierung der Duktilität, wodurch σ'_f ansteigt und ε'_f abnimmt, während b , c und E in etwa konstant bleiben [MUG04, HÖP09]. Folglich weisen UFG Werkstoffe im LCF Bereich (Coffin-Manson) aufgrund mangelnder Duktilität eine niedrigere Lebensdauer und im HCF Bereich (Basquin), bedingt durch ihre gesteigerte Festigkeit, eine höhere Lebensdauer auf.

Die bei kaltverfestigten CG Werkstoffen häufig beobachtete zyklische Entfestigung [CHR91] tritt auch bei UFG Materialien auf, wobei sich die für den Prozess verantwortlichen Strukturen unterscheiden [HÖP09].

Bei CG Werkstoffen ist eine zyklische Entfestigung auf Umlagerungen und eine generelle Vergröberung der durch Kaltverfestigung gebildeten Subkornstrukturen zurückzuführen. Dies ähnelt Erholungsvorgängen bei Wärmebehandlungen, weshalb der Effekt auch als dynamische Erholung bezeichnet wird [MIN85, CHA87]. Min et al. haben gezeigt, dass die zyklische Entfestigung über die Abhängigkeit zwischen Fließspannung und Subkorngröße beschrieben werden kann. So besteht im kaltverfestigten Zustand eine Proportionalität zwischen R_e und d^{-1} , die bei zyklischer Belastung in eine Hall-Petch-Abhängigkeit (R_e proportional $d^{-1/2}$) übergeht [MIN85].

Die zyklische Entfestigung in UFG Werkstoffen zeigt, analog zu konventionell kaltverfestigten Werkstoffen, deutliche Parallelen zur Erholung (siehe Abschnitt 2.5). Zyklische Entfestigung bzw. Erholung von UFG Werkstoffen ist jedoch im Gegensatz zu kaltverfestigten Zuständen nicht primär auf Veränderungen im Bereich der Subkornstrukturen zurückzuführen. Vielmehr beeinflussen beide Effekte die HAGBs im Gefüge, die sich dem Gleichgewichtszustand durch Abbau und Umlagerung von Versetzungen annähern. Eine deutliche Kornvergröberung durch zyklische Belastung wird ebenfalls beobachtet und tritt vor allem bei sehr reinen Metallen auf [AGN98, HÖP09, KHA10]. Generell gilt, dass die zyklische Stabilität der Festigkeit und des Gefüges von UFG Werkstoffen eng mit deren thermischer Stabilität verknüpft ist, d.h. bei hoher thermischer Stabilität tritt keine signifikante zyklische Entfestigung auf, wogegen eine niedrige thermische Stabilität mit starker zyklischer Entfestigung einhergeht.

Die Lokalisierung der plastischen Dehnung ist eine Voraussetzung zur Ausbildung von Ermüdungsrissen und deren Ausbreitung. Ob Scherbänder in UFG Materialien erst während der Ermüdungsbeanspruchung entstehen oder bereits als Folge des SPD Verfahrens vorliegen, ist in der Literatur umstritten [HÖP09]. Ein Modell, das zwei

Mechanismen vorschlägt, so dass beide Aspekte berücksichtigt werden, wurde von Mughrabi und Höppel vorgeschlagen [MUG01]. Ausgangspunkt für Scherbänder sind demnach lokal größere Körner bzw. leichter verformbare Bereiche, die zu einer Lokalisierung der Dehnung und daraus resultierend zur Vergrößerung in Scherrichtung angrenzender Körner führen (Abbildung 2.19a). Alternativ kann eine kritische Scherinstabilität durch einen Wechsel der Dehnungsrichtung, z.B. beim Übergang von einfacher Scherung (während ECAP) zu axialer Zug-Druck Wechselbelastung (bei Ermüdung), entstehen (Abbildung 2.19b). Je nach Stabilität der Korngrenzen kann als Konsequenz eine dehnungsinduzierte Kornvergrößerung innerhalb des Scherbands auftreten.

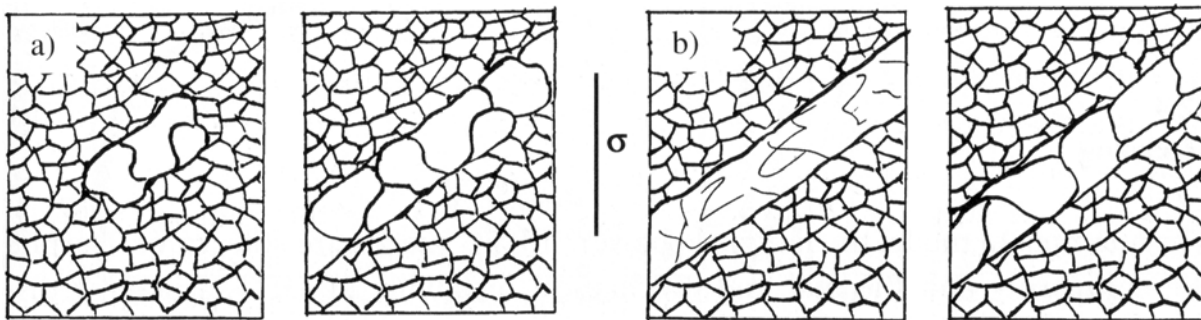


Abbildung 2.19: Alternative Modelle zur Ausbildung von Scherbändern in UFG Werkstoffen durch a) lokale Kornvergrößerung die sich in Scherrichtung ausbreitet und b) Ausbildung eines Scherbands durch Änderung des Verformungsmodus und anschließende Vergrößerung [MUG01].

In vielen Fällen konnte gezeigt werden, dass eine Erholungsglühung nach dem SPD Prozess zur Steigerung der Ermüdungslebensdauer im LCF Bereich führt [MUG01, MUG04, NIE08, HÖP09]. Eine bimodale Korngrößenverteilung ist dagegen nicht bei allen Werkstoffen von Vorteil. So wurde die LCF Lebensdauer von einem IF Stahl durch Einstellen einer bimodalen Korngrößenverteilung gegenüber dem UFG Referenzzustand verschlechtert [NIE08], wogegen bei Kupfer ein positiver Effekt auf die Lebensdauer gemessen wurde [MUG01].

Die Ermüdungsrissausbreitung in UFG Werkstoffen wurde bislang, ebenso wie deren Bruchzähigkeit, wenig untersucht. Dies ist im Wesentlichen darauf zurückzuführen, dass Halbzeuge, mit für CT-Proben ausreichenden Abmessungen, mit SPD Prozessen lange Zeit nicht dargestellt werden konnten. Eine Miniaturisierung der Proben ist nur bedingt möglich, da dies verstärkt zur Rissausbreitung unter ebener Spannung statt ebener Dehnung führt. Ein Vergleich der bislang veröffentlichten Ergebnisse zeigt, dass die Schwellwerte der Ermüdungsrissausbreitung (ΔK_{th}) in UFG Gefügen niedriger und die Rissfortschrittsraten höher sind als in CG Gefügen [KIM03, PAO05, VIN07, MEY08]. Dies wird von den Autoren u.a. auf die sehr ebenen Risspfade in UFG Gefügen zurückgeführt, die eine rauhigkeitsinduzierte Risschließung minimieren. Nach Kim et al. liegt eine weitere mögliche Ursache im Verhältnis der Korngröße zur Größe der plastischen Zone [KIM03]. So ist die UFG Korngröße meist geringer als die Breite der plastischen Zone, wodurch reversible Versetzungsbewegung unterdrückt und die Schadensakkumulation erhöht wird. Ein weiterer Aspekt der in Betrachtung

gezogen werden muss, ist das Auftreten von Sekundärrissen und ein möglicher Übergang von transkristallinem zu interkristallinem Rissfortschritt [VIN07, MEY08]. Eine Abhängigkeit des Rissfortschrittsverhaltens von der Korngröße wird auch bei CG Werkstoffen beobachtet und tritt auf sobald die Größe der zyklischen plastischen Zone die Korngröße übersteigt [WAN98], so dass ein solcher Effekt für UFG Werkstoffe durchaus zu erwarten ist. Die Korngrößenabhängigkeit des Rissfortschritts zeigt sich besonders deutlich anhand des anisotropen Rissverhaltens von UFG Eisen mit Pancake Gefüge nach HPT. Hierbei ist zu beobachten, dass der Risspfad je nach Lage der Körner vom Belastungsmodus abweicht und in die Pancake-Ebene wechselt (Abbildung 2.20). Dies und das ausgeprägte Netzwerk von Sekundärrissen weist auf eine deutliche Schwächung der Korngrenzen und einen rein interkristallinen Risspfad hin [HOH10].

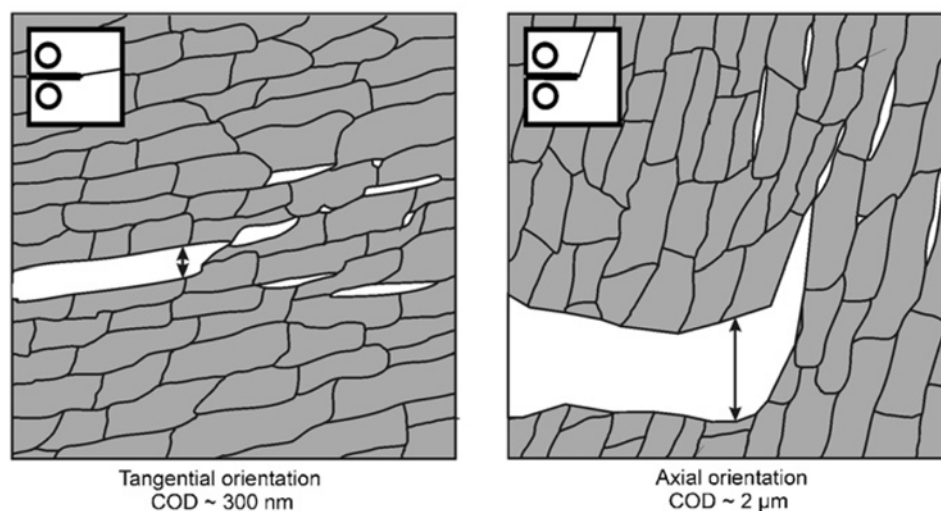


Abbildung 2.20: Schematische Darstellung des Rissverlaufs in Abhängigkeit von der Ausrichtung des Gefüges [HOH10].

2.4.4 Gefüge und mechanische Eigenschaften von Spaltprofilen

Müller et al. und Bohn et al. haben gezeigt, dass beim Spaltprofilieren vergleichbare Mechanismen wie bei etablierten SPD Prozessen ablaufen, die zur Ausbildung lokaler UFG Gefüge mit Pancake Struktur führen [MÜL07, MÜL08, BOH08, BOH10]. Bedingt durch die inhomogene Dehnungsverteilung in der Prozesszone weisen Spaltprofile einen prozessimmanenten Gefüge- und Eigenschaftsgradienten senkrecht zur Flanschoberseite auf. Dieser Gradient umfasst eine Änderung der Gefügeabmessungen von etwa einer Größenordnung und deckt somit den Bereich von konventionell kaltverfestigten bis hin zu UFG Gefügen ab. Parallel zur Flanschoberseite sind Gefüge und mechanische Eigenschaften dagegen in weiten Bereichen des Flansches konstant (Abbildung 2.21) [BOH10]. Die bisherigen Untersuchungen konzentrierten sich auf den mikrolegierten Feinkornstahl ZStE500, wobei die Übertragbarkeit der Ergebnisse anhand vergleichender Untersuchungen an anderen ferritischen bzw. ferritisch-perlitischen Stählen gezeigt wurde [BOH10].

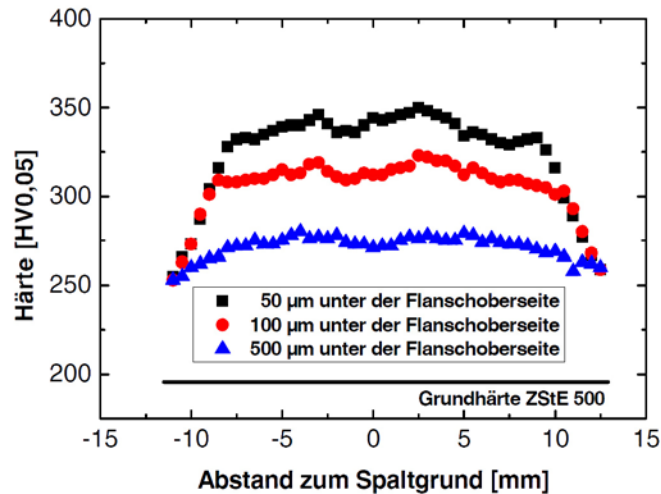


Abbildung 2.21: Härteverlauf parallel zur Flanschoberseite von Flanschspitze zu Flanschspitze in Spaltprofilen aus ZStE500 [BOH10].

Die aus der Härte abgeleitete Festigkeit steigt innerhalb des Gradienten von der Flanschunterseite zur Flanschoberseite um annähernd 100 % an. Die mittlere Festigkeit über den Gradienten im Flansch steigt um etwa 60 % gegenüber dem Grundwerkstoff, was Härtemessungen und Zugversuche in guter Übereinstimmung zeigen. Obwohl weniger als die Hälfte des Volumens von Spaltprofil-Flanschen der Definition nach ein UFG Gefüge aufweist, zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven die typischen Charakteristika von UFG Materialien (Abbildung 2.22), d.h. hohe Festigkeit, geringes Verfestigungsvermögen und duktiles Bruchverhalten [BOH08, BOH10].

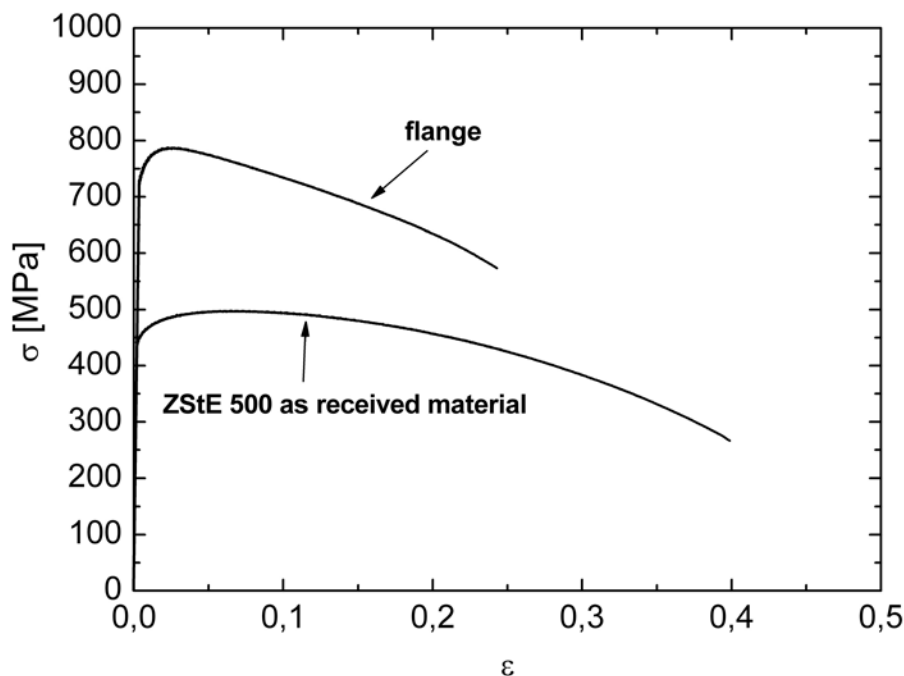


Abbildung 2.22: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven von ZStE500 im Anlieferungszustand und nach Spaltprofilieren [BOH08].

Die Ermüdungseigenschaften von Spaltprofilen aus ZStE500 wurden in den Arbeiten von el Dsoki und Hanselka sowie von Landersheim et al. untersucht [DSO07, LAN09]. Hierbei wurden die Eigenschaften im Mittel über den gesamten Gefügegradienten betrachtet, wobei eine deutlich höhere Dauerfestigkeit im HCF Bereich aber nur eine geringfügige Verbesserung im LCF Bereich zu verzeichnen ist. In wie weit die verbesserten HCF Eigenschaften auf die Erhöhung der mittleren Festigkeit oder aber verstärkt auf den UFG Bereich (ca. 1/3 des Querschnitts) bzw. den kaltverfestigten Bereich (ca. 2/3 des Querschnitts) zurückzuführen sind, wurde nicht untersucht.

Spannungs-Dehnungs-Hysteresen zeigen sowohl im Ausgangsmaterial als auch im Flansch von Spaltprofilen eine zyklische Entfestigung (Abbildung 2.23). Die Hysterese des Ausgangsmaterials ist symmetrisch und entfestigt gleichermaßen im Zug- und Druckspannungsbereich. Dagegen ist die Hysterese des spaltprofilierten Materials anfangs asymmetrisch, d.h. zu höheren Zugspannungen verschoben. Eine zyklische Entfestigung tritt bei diesem Zustand nur im Zugspannungsbereich auf, wodurch sich die Hysterese einer symmetrischen Form annähert. Ob sich die asymmetrische Entfestigung über den gesamten Gefügegradienten erstreckt oder nur lokale Bereiche erfasst wurde bislang nicht untersucht.

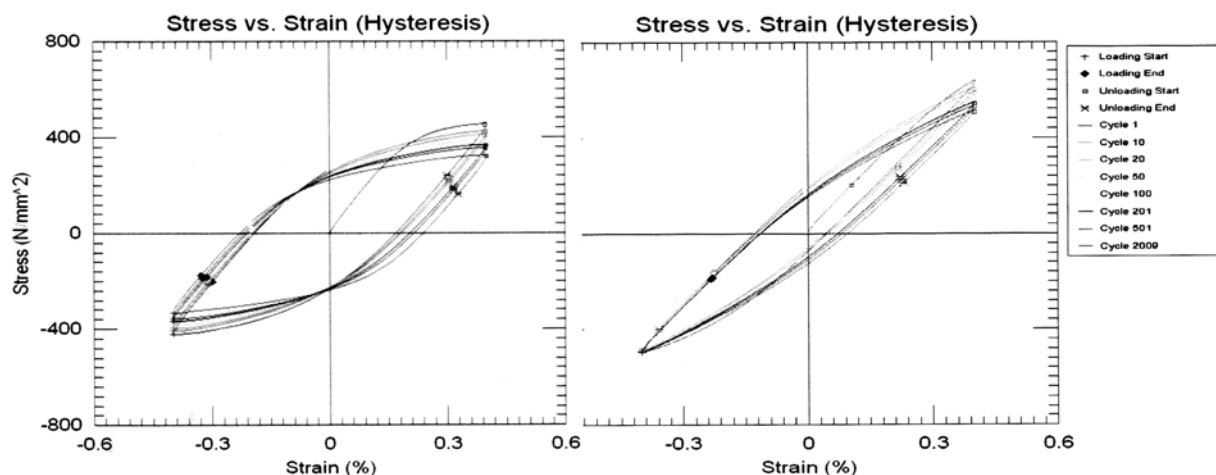


Abbildung 2.23: Spannungs-Dehnungs-Hysteresen von ZStE500 Ausgangsmaterial (links) und spaltprofiliertem Material (rechts) [DSO07].

2.5 Thermische Stabilität

2.5.1 Rekristallisation und Erholung

Die thermodynamischen Prozesse, die bei Wärmebehandlungen von plastisch verformten metallischen Werkstoffen ablaufen, können grundsätzlich in Erholung und Rekristallisation unterteilt werden. Rekristallisation umfasst alle Prozesse der Gefügeneubildung durch Entstehung neuer oder Bewegung vorhandener Großwinkelkorngrenzen [GOT07]. Demgegenüber wird ein Abbau von Versetzungen ohne Bewegung oder Neubildung von Großwinkelkorngrenzen als Erholung bezeichnet. Desweiteren wird bei Erholungs- und Rekristallisationsprozessen unterschieden, ob diese dynamisch, d.h. während der plastischen Verformung (z.B. Warmwalzen), oder statisch, d.h. bei einer Wärmebehandlung nach vorangegangener Kaltverformung, ablaufen. Während dynamische Erholung und Rekristallisation bei der Entstehung von UFG Gefügen durch SPD eine entscheidende Rolle spielen, sind für die thermische Stabilität dieser Gefüge überwiegend statische Prozesse von Bedeutung, auf welche im Folgenden genauer eingegangen wird.

Erfolgt die Rekristallisation über die Ausbildung diskreter Keime, die auf Kosten des verformten Gefüges wachsen und dieses letztlich komplett aufzehren, so wird dies als primäre oder auch als diskontinuierliche Rekristallisation bezeichnet. Wird die zur primären Rekristallisation notwendige Wanderung von Großwinkelkorngrenzen unterdrückt (z.B. durch Ausscheidungen), so kann eine Rekristallisation auch durch Bildung von neuen Großwinkelkorngrenzen ablaufen. Diese wird als Rekristallisation in-situ oder kontinuierliche Rekristallisation bezeichnet. Findet nach abgeschlossener primärer Rekristallisation oder Rekristallisation in-situ bei weiterer Glühung eine starke Kornvergrößerung einiger weniger Körner statt, so spricht man von sekundärer Rekristallisation. Eine gleichmäßige Vergrößerung des Gefüges wird demgegenüber als kontinuierliche oder homogene Kornvergrößerung bezeichnet.

2.5.2 Abschätzung der Triebkräfte für Erholung und Rekristallisation

Die Triebkraft für Erholungs- und Rekristallisationsprozesse kann durch eine Reduzierung der Gibb'schen freien Energie ΔG des Materials beschrieben werden, die aus der Abnahme der Versetzungs- bzw. Grenzflächendichte resultiert. Überstreicht eine Korngrenze einen Bereich im Kristall, dessen Volumen ΔV ist, so ergibt sich folgende Energiebilanz:

$$\Delta G = p\Delta V \quad \text{Gleichung 2.10}$$

Die Triebkraft p kann hierbei als gewonnene freie Energie [J/m^3] oder als Druck auf die Korngrenze [N/m^2] betrachtet werden.

Bei der primären Rekristallisation bewegen sich Korngrenzen über verformte Bereiche im Kristall mit hoher Versetzungsdichte ($\rho_1 \sim 10^{15} \text{ m}^{-2}$) und hinterlassen dabei eine deutlich

geringere Versetzungsdichte ($\rho_{II} \sim 10^{10} \text{ m}^{-2}$) [GOT07]. Die Energie einer Versetzung pro Längeneinheit errechnet sich aus dem Schubmodul G und dem Burgersvektor b zu:

$$E_v = \frac{Gb^2}{2} \quad \text{Gleichung 2.11}$$

Da die verbleibende Versetzungsdichte ρ_{II} mehrere Größenordnungen kleiner ist als ρ_I und folglich vernachlässigt werden kann, ergibt sich für die Triebkraft p_{rk1} der primären Rekristallisation:

$$p_{rk1} = \frac{(\rho_I - \rho_{II})Gb^2}{2} \approx \frac{\rho_I Gb^2}{2} \quad \text{Gleichung 2.12}$$

Nach vollständiger primärer Rekristallisation eines verformten Gefüges gilt $\rho_I \equiv \rho_{II}$, wodurch die Triebkraft in Gleichung 2.12 zu null wird. Es bestehen jedoch weiterhin Triebkräfte zur Bewegung von Großwinkelkorngrenzen, die nicht aus einem Abbau der Versetzungsdichte resultieren. So ist eine Absenkung der freien Energie des Kristallverbunds auch durch eine Reduzierung der gesamten Korngrenzfläche möglich, was die Grundlage für eine sekundäre Rekristallisation und Kornvergrößerung ist. Bei der diskontinuierlich ablaufenden sekundären Rekristallisation ergibt sich die treibende Kraft p_{rk2} aus der spezifischen Korngrenzenergie γ und der Korngrenzdicke S_v :

$$p_{rk2} = \gamma S_v \quad \text{Gleichung 2.13}$$

Werden zur Vereinfachung eine würfelförmige Kornform mit der Kantenlänge L angenommen, so ergibt sich daraus folgende Gleichung [GOT07]:

$$p_{rk2} = \gamma \frac{3L^2}{L^3} = \frac{3\gamma}{L} \quad \text{Gleichung 2.14}$$

Streng genommen erfolgt die Freisetzung der Korngrenzenergie jedoch nicht durch eine Bewegung der sich ausbreitenden Korngrenze, sondern durch die Verschiebung von Tripelpunkten. Bei 2-dimensionaler Betrachtung nehmen Tripelpunkte stets die energetisch günstigste Geometrie (120 ° Winkel) ein, was bei < 6 Tripelpunkten pro Korn zu einer konvexen und bei > 6 Tripelpunkten zu einer konkaven Krümmung der Korngrenze führt. Eine gekrümmte Korngrenze erfährt eine Kraft sich zu begradigen, was in einer Bewegung in Richtung des Krümmungsmittelpunkts resultiert. Ein Modell zur Korngrenzbewegung, das auf der Anzahl an Tripelpunkten und den daraus resultierenden Krümmungsradien von Korngrenzen basiert, wurde erstmals von Mullins [MUL56] entwickelt. Ein erweitertes Modell, das zusätzlich die Mobilität von Tripelpunkten berücksichtigt, wurde von Gottstein und Shvindlerman aufgestellt [GOT02]. Im Grenzfall eines halbusendlichen Korns, das auf Kosten endlicher Nachbarkörner anwächst, kann der Krümmungsradius von Korngrenzen jedoch in guter Näherung ohne Zuhilfenahme dieser Modelle durch eine einfache geometrische Betrachtung abgeschätzt werden.

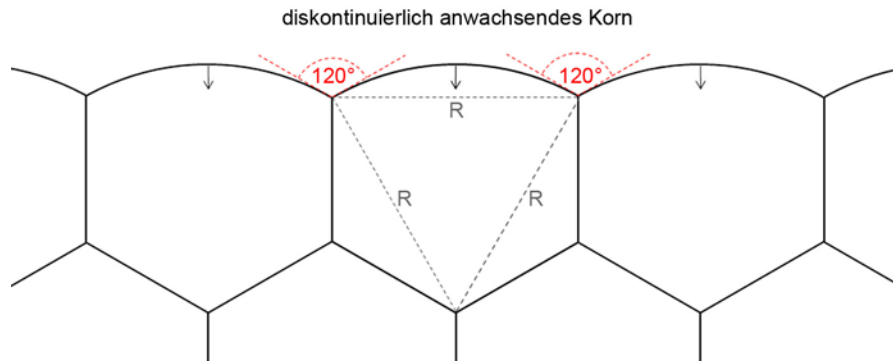


Abbildung 2.24: Kornrenzkrümmung in Abhängigkeit von der Korngröße.

Unter der Voraussetzung, dass der Krümmungsradius einer Korngrenze zwischen zwei Tripelpunkten konstant ist und sich alle Tripelpunkte im Kräftegleichgewicht befinden (120° Winkel), entspricht der Krümmungsradius R der Breite des zugehörigen endlichen Korns (Abbildung 2.24).

Die Triebkraft zur Korngrenzbewegung kann aus einer Betrachtung der Oberfläche pro Volumen eines schrumpfenden Kugelsegments in Abhängigkeit vom Kugelradius R abgeleitet werden [GOT07]:

$$p_{kw} = \gamma \frac{8\pi R dR}{4\pi R^2 dR} = \frac{2\gamma}{R} \quad \text{Gleichung 2.15}$$

Ein Vergleich von 2.14 und 2.15 zeigt, dass beide Ansätze annähernd übereinstimmen, sofern der Korndurchmesser dem Krümmungsradius der Korngrenzen entspricht. Im Gegensatz zur sekundären Rekristallisation ist diese Bedingung bei der kontinuierlich ablaufenden Kornvergrößerung zwischen Körnern annähernd gleicher Größe nicht erfüllt. In diesem Fall sind die Krümmungsradien der Korngrenzen typischerweise um den Faktor 5 bis 10 größer als der Korndurchmesser [GOT07]. Dementsprechend ist die Triebkraft zur homogenen Kornvergrößerung um den Faktor 5 bis 10 kleiner als die der sekundären Rekristallisation.

Eine Betrachtung der Triebkräfte für die Korngrenzbewegung bei den verschiedenen Prozessen unter Annahme typischer Werte für G , b und γ zeigt, dass die Triebkraft zur primären Rekristallisation in grobkörnigen Werkstoffen um mehrere Größenordnungen höher ist als die der sekundären Rekristallisation oder der homogenen Kornvergrößerung (Tabelle 2.1). Untersuchungen zur Versetzungsdichte ρ von UFG Metallen nach SPD zeigen, dass diese abhängig von Werkstoff und Herstellungsprozess sind und typischerweise im Bereich von 10^{15} m^{-2} liegen [HAZ09, MAY07]. Dies ist vergleichbar mit der Versetzungsdichte stark kaltverfestigter grobkörniger Metalle [GOT07], so dass keine Änderung für die Triebkraft der primären Rekristallisation von UFG Gefügen zu erwarten ist. Die geringe Korngröße in UFG Metallen führt zu einer deutlich höheren Korngrenzdichte und zu geringeren Krümmungsradien der Korngrenzen, wodurch die Triebkräfte für eine sekundäre Rekristallisation sowie für eine homogene Kornvergrößerung gleichermaßen ansteigen. Tabelle 2.1 zeigt, dass die Triebkräfte für Primäre und Sekundäre Rekristallisation in UFG Metallen vergleichbar sind oder, in Anbetracht der zugrundeliegenden Näherungen, vergleichbar sein können.

Tabelle 2.1: Abschätzungen der Triebkräfte für Korngrenzbewegung nach 2.12, 2.14 und 2.15 ($G \approx 50 \text{ GPa}$, $b \approx 0,2 \text{ nm}$, $\gamma \approx 1 \text{ J/m}^2$).

Gefüge	P_{rk1}	P_{rk2}	P_{kw}
Grobkörnig $d \approx 100 \text{ } \mu\text{m}$ $\rho \approx 10^{15} \text{ m}^{-2}$	$\sim 10 \text{ MPa}$	$\sim 0,03 \text{ MPa}$	$\sim 0,004 \text{ MPa}$
Ultrafeinkörnig $d \approx 0,5 \text{ } \mu\text{m}$ $\rho \approx 10^{15} \text{ m}^{-2}$	$\sim 10 \text{ MPa}$	$\sim 6 \text{ MPa}$	$\sim 0,8 \text{ MPa}$

2.5.3 Einfluss der Verformung auf das Rekristallisationsverhalten

Gemäß Tabelle 2.1 sind die Triebkräfte der primären und sekundären Rekristallisation bei UFG Metallen in etwa vergleichbar, so dass es fraglich ist, ob eine strikte Trennung der beiden Prozesse überhaupt möglich ist. Eine Zuordnung zu einer der beiden Rekristallisationsformen setzt voraus, dass die zugrundeliegende Triebkraft entweder durch die Reduzierung der Versetzungsdichte oder durch die Vergrößerung des Krümmungsradius der Korngrenzen dominiert wird. Sind dagegen beide Triebkräfte annähernd gleich, so ist zu erwarten, dass sich die resultierende Triebkraft aus einer Überlagerung der beiden Anteile zusammensetzt. Eine Möglichkeit beide Prozesse analytisch anhand der Texturentwicklung zu unterscheiden wird in Abschnitt 2.6 diskutiert.

Bei der Gegenüberstellung von primärer Rekristallisation, sekundärer Rekristallisation und kontinuierlicher Kornvergrößerung ist zu berücksichtigen, dass eine primäre Rekristallisation über Keimbildung und Keimwachstum abläuft und somit eine Inkubationszeit benötigt. Hierbei spielen Erholungsprozesse eine entscheidende Rolle, da sie einerseits die primäre Rekristallisation durch Bildung bzw. Aktivierung von versetzungsarmen Keimen begünstigen, andererseits aber die Versetzungsdichte und somit die Triebkraft zur Rekristallisation reduzieren. Sowohl nach geringer Verformung als auch nach sehr starker Verformung wird typischerweise keine primäre Rekristallisation beobachtet [HUM97, GOT07]. Bei geringer Verformung liegt die Ursache darin, dass keine Rekristallisationskeime gebildet werden, so dass sich stattdessen existierende Korngrenzen verschieben und dabei weitgehend versetzungsfreie Bereiche zurücklassen (Strain Induced Boundary Motion, SIBM). Beim Glühen hochgradig verformter Metalle wird dagegen häufig eine starke Erholung mit anschließender kontinuierlicher Rekristallisation beobachtet [OSC93, BEL05].

Gemäß dem Modell von Humphreys ist die maximale Größe R , auf die ein Korn oder Subkorn im Verhältnis zur mittleren umgebenden (Sub)Korngröße anwachsen kann, gegeben durch:

$$X = \frac{R}{R} = \frac{2M}{M} + 2 \left\{ \left(\frac{M}{M} \right)^2 - \left(\frac{M\gamma}{M\gamma} \right) \right\}^{1/2} \quad \text{Gleichung 2.16}$$

wobei M die Mobilität und γ die Energie der Korngrenze des wachsenden Korns ist (Mittelwerte des Gefüges sind jeweils durch Überstriche markiert) [HUM97]. Unter Verwendung des von Thompson et al. aufgestellten Instabilitätskriteriums [THO87] für diskontinuierliches Kornwachstum

$$\bar{R} \frac{dR}{dt} - R \frac{d\bar{R}}{dt} > 0 \quad \text{Gleichung 2.17}$$

lässt sich ein Schaubild für das Wachstumsverhalten eines Korns in Abhängigkeit von seiner relativen Korngröße X (entsprechend Gleichung 2.16), seiner relativen Korngrenzmobilität Q und seiner relativen Korngrenzenergie G skizzieren (Abbildung 2.25a). Die Darstellung zeigt erwartungsgemäß, dass diskontinuierliches Wachstum durch eine gegenüber der umgebenden Matrix hohe Korngröße, hohe Korngrenzmobilität und niedrige Korngrenzenergie begünstigt wird. Andererseits gibt es, abhängig von der Korngrenzmobilität, auch ein maximales Korngrößenverhältnis X , oberhalb dessen kein diskontinuierliches Wachstum stattfindet. In diesem Bereich wachsen anormal große Körner und die Körner der Matrix zwar weiter an, jedoch ohne dass sich dabei deren Größenverhältnis X erhöht.

Unter der Annahme, dass M und γ nur vom Korngrenzwinkel abhängig sind und für alle Großwinkelkorngrenzen konstante Werte annehmen [HUM97], kann nach Jazaeri und Humphreys abgeschätzt werden, bei welchem Großwinkelkorngrenzanteil und mittlerem Subkorngrenzwinkel kontinuierliches bzw. diskontinuierliches Kornwachstum stattfindet (Abbildung 2.25b) [JAZ04b]. Demnach ist der Anteil an HAGBs im Gefüge eine entscheidende Größe für den Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Kornwachstum. Der Übergang liegt typischerweise bei 60 bis 70 % HAGBs, was neben den hier vorgestellten Arbeiten auch durch weitere theoretische Untersuchungen von Pragnell et al. [PRA04] und experimentelle Untersuchungen wie z.B. von Ferry et al. [FER05b], Morris et al. [MOR02] und Tsuji et al. [TSU04] bestätigt wird.

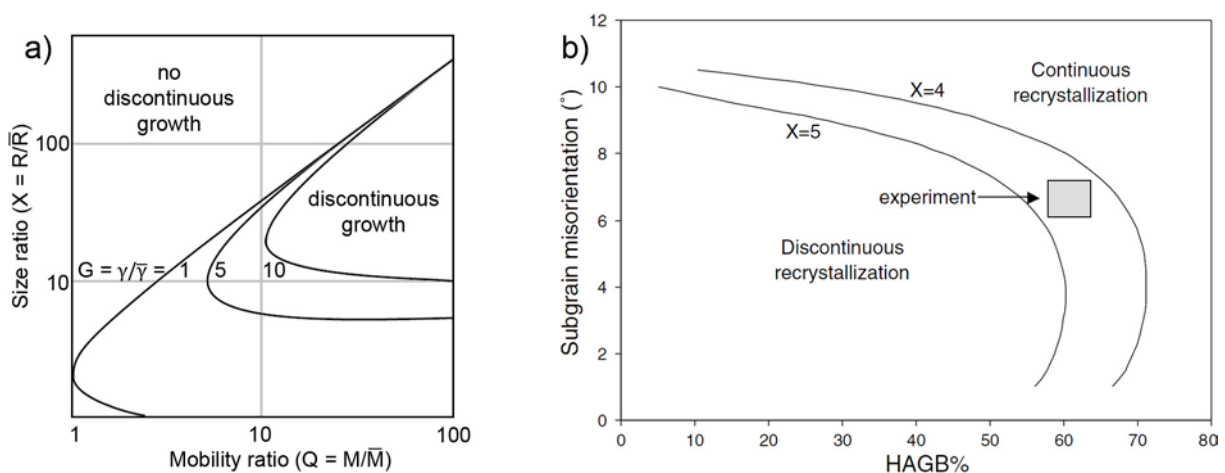


Abbildung 2.25: a) Schaubild für kontinuierliches und diskontinuierliches Kornwachstum in Abhängigkeit von der relativen Korngröße und Korngrenzmobilität [HUM97], b) Übergang zwischen kontinuierlicher und diskontinuierlicher Rekristallisation in Abhängigkeit vom Großwinkelkorngrenzanteil und dem mittleren Subkorngrenzwinkel im Gefüge [JAZ04b].

2.5.4 Kinetik der Kornvergrößerung

Bedingt durch die hohe Korngrenzdicke bzw. die geringeren Krümmungsradien der Korngrenzen bestehen in UFG Metallen deutlich größere Triebkräfte zur Kornvergrößerung als in grobkörnigen Metallen (siehe Tabelle 2.1), was auf eine geringe thermische Stabilität von UFG Gefügen schließen lässt. Desweiteren weisen durch plastische Verformung erzeugte HAGBs eine höhere Korngrenzenergie auf als HAGBs im thermodynamischen Gleichgewicht [FEC90, BAR05], was die Triebkraft für Kornwachstum zusätzlich erhöht. Aus technologischer Sicht ist eine Kornvergrößerung bis auf wenige Ausnahmen (z.B. superplastische Umformung) nicht erwünscht, da dies den Verlust der besonderen Eigenschaften von UFG Metallen zur Folge hätte. Daher ist die Kinetik der Kornvergrößerung von UFG Metallen und deren Beeinflussung von zentraler Bedeutung und wird im Folgenden näher betrachtet.

Nach Humphreys und Hatherly [HUM04] kann Kornwachstum unter isothermen Bedingungen durch folgende Gleichung beschrieben werden:

$$d^{1/N} - d_0^{1/N} = K_0 t^n \exp\left(-\frac{Q_{kw}}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 2.18}$$

Dabei sind d_0 die ursprüngliche Korngröße, d die Korngröße nach der Wärmebehandlung, K_0 eine kinetische Konstante, n eine Konstante (~ 1), N der Kornwachstumsexponent, Q_{kw} die Aktivierungsenergie für Kornwachstum, R die allgemeine Gaskonstante, t die Dauer und T die Temperatur der Wärmebehandlung.

Aus theoretischen Überlegungen lässt sich für N ein Wert von 0,5 ableiten, der jedoch in der Realität oft nur bei hochreinen Metallen und Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt beobachtet wird [GLE00, HUM04, GOT07]. Für technische Legierungen liegt N typischerweise zwischen 0,2 und 0,3.

In wie weit sich das Kornwachstumsverhalten mit abnehmender Korngröße ändert ist in der Literatur umstritten. Da Kornwachstum eine Bewegung von Atomen über Korngrenzen hinweg sowie entlang von Korngrenzen voraussetzt, wird die Aktivierungsenergie für diesen Prozess oft mit der für Korngrenzdiffusion verglichen [GLE00]. Mittels Gleichung 2.18 berechnete Aktivierungsenergien für Kornwachstum von UFG Metallen liegen oft deutlich unter den Literaturwerten für Volumendiffusion Q_{vd} und Korngrenzdiffusion Q_{kd} in den jeweiligen Systemen. Zu nennen sind hier beispielsweise die Arbeiten von Furukawa et al., Wang et al. und Yu et al. an Aluminium-Legierungen [FUR96, WAN97, YU04] sowie von Kim an AZ31 Mg [KIM04], in denen Q_{kw} Werte zwischen $0,2Q_{kd}$ und $0,6Q_{kd}$ ermittelt wurden. Diese Ergebnisse müssen jedoch kritisch betrachtet werden, da in den meisten Fällen mit dem theoretischen Kornwachstumsexponenten ($N = 0,5$) gerechnet wurde. Demgegenüber liefern Berechnungen aus kalorimetrischen Messungen oder mit experimentell ermittelten Werten für N häufig Q_{kw} Werte, die im Bereich von Q_{kd} liegen [JIA00, PAR01b, PAR02], wobei es auch hier Ausnahmen mit z.T. deutlich höheren Q_{kw} Werten gibt [FER07]. Beschleunigtes Kornwachstum bzw. verhältnismäßig niedrige Aktivierungsenergien werden in der Literatur meist auf die erhöhten Diffusionsraten in UFG Metallen zurückgeführt, wogegen gehemmtes Kornwachstum (hohe Q_{kw})

mit Fremdatomen, Zweitphasen oder Mikroporen in Verbindung gebracht wird. Beide Aspekte werden in den folgenden Abschnitten betrachtet.

Zahlreiche experimentelle Untersuchungen an UFG und NC Metallen zeigen eine gegenüber CG Metallen beschleunigte Diffusion [HOR89, FUJ04, AMO07], was überwiegend auf den hohen Volumenanteil an Korngrenzen aber auch gegenüber CG Materialien veränderte Korngrenzeigenschaften zurückgeführt wird. Amouyal et al. haben mittels radioaktiver Tracer gezeigt, dass die Diffusion von Ni-Atomen in einer UFG Cu-Zr Legierung über zwei unterschiedlich schnelle Diffusionswege abläuft, wobei der langsamere einer klassischen Korngrenzdiffusion entlang von relaxierten HAGBs entspricht [AMO07]. Als Erklärung für die schnelleren Diffusionswege wird von den Autoren der Ungleichgewichtszustand vieler Korngrenzen (erhöhtes freies Volumen, hohe elastische Spannungen) angeführt. Weitergehende Untersuchungen von Ribbe et al. zeigten jedoch, dass die durch SPD erzeugten schnellen Diffusionswege auch nach einer vollständigen Rekristallisation erhalten bleiben [RIB09]. Ribbe et al. führen dies auf ein Netzwerk von Mikrorissen und Mikroporen zurück, die beim SPD Prozess entstehen und durch Ätzverfahren und FIB-Schnitte sichtbar gemacht werden konnten. In Anbetracht dieser Ergebnisse erscheint eine erhöhte Diffusionsgeschwindigkeit als Ursache für niedrige Q_{kw} Werte von UFG Metallen als eher unwahrscheinlich. Im Gegensatz zu NC Metallen, bei denen häufig $Q_{kw} \sim Q_{kd}$ beobachtet wird [MAL97], ist der Volumenanteil von Korngrenzen bei typischen UFG Werkstoffen mit $< 3\%$ relativ gering (siehe Abbildung 2.26) und kann zudem keine Aktivierungsenergien unterhalb der für Korngrenzdiffusion erklären. Ein höheres freies Volumen und viele zufällige Versetzungen im Bereich der Korngrenzen sind zwar eine plausible Erklärung für beschleunigte Diffusion, jedoch relaxiert dieser Zustand bei erhöhten Temperaturen [NAZ03]. In diesem Zusammenhang wäre auch ein vergleichbarer Effekt bei durch Kugelmahlen erzeugten NC Metallen zu erwarten, was nicht der Fall ist [MAL97]. Eine Beschleunigung des Kornwachstums durch Mikrorisse und Porosität ist ebenfalls nicht plausibel, da derartige Störungen im Material eine hemmende Wirkung auf die Korngrenzbewegung entfalten.

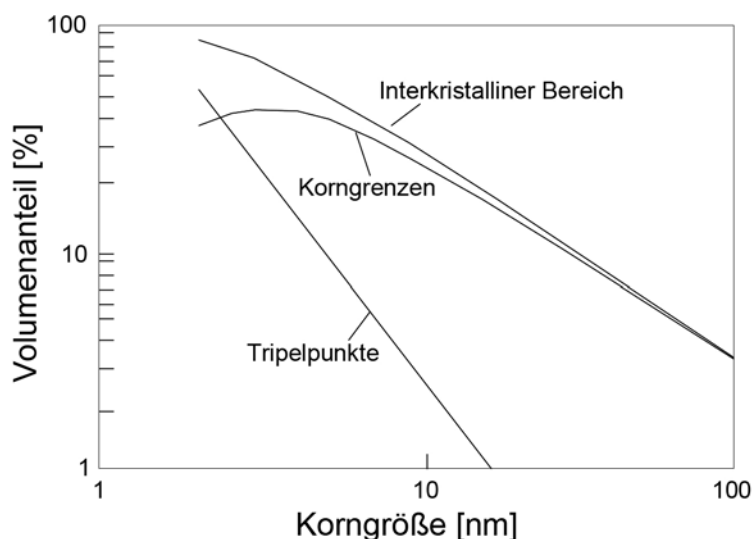


Abbildung 2.26: Interkristalliner Volumenanteil in Abhängigkeit von der Korngröße, nach [PAL90].

Die geringere Mobilität von Korngrenzen in technischen Legierungen gegenüber hochreinen Metallen ist auf eine Vielzahl von Mechanismen zurückzuführen, deren Auswirkungen sich zwar in der Theorie klar voneinander trennen lassen, in der Praxis aber nur selten separat quantifiziert werden können. Ausnahmen bilden diesbezüglich die Behinderung der Korngrenzbewegung durch inkohärente Zweitphasen und durch Porosität, was als „Zener Pinning“ oder „Zener Drag“ (für inkohärente Zweitphasen) bzw. „Pore Drag“ (für Porosität) bezeichnet wird. Diese Effekte können über ähnliche Modelle veranschaulicht und quantitativ abgeschätzt werden, was im Folgenden für das „Zener Pinning“ dargestellt wird.

Bei Kontakt zwischen einer Korngrenze und einem inkohärenten Teilchen wird die Korngrenzfläche um die Schnittfläche reduziert. Beim Losreißen der Korngrenze von dem Teilchen muss diese Korngrenzfläche erneut geschaffen werden [MAN98, GOT07]. Daraus resultiert eine gegenüber der Korngrenzbewegung rücktreibende Kraft, die als Zener-Kraft p_z bezeichnet wird und vom Volumenanteil der Zweitphase f , der Korngrenzenergie γ und dem Teilchendurchmesser d_p abhängig ist:

$$p_z = -3\gamma \frac{f}{d_p} \quad \text{Gleichung 2.19}$$

Unter der Annahme, dass der Volumenanteil konstant bleibt und die inkohärenten Teilchen nicht vergrößern, kann eine maximale (Zener stabilisierte) Korngröße d_z berechnet werden. Diese ist erreicht, sobald die Triebkraft für Kornwachstum, welche mit zunehmender Korngröße abnimmt, vollständig durch die Zener-Kraft kompensiert wird. Unter Verwendung von Gleichung 2.19 und Einführung einer Proportionalitätskonstanten α zwischen dem Krümmungsradius der Korngrenze und dem Korndurchmesser ergibt sich:

$$\frac{2\gamma}{\alpha d_z} = 3\gamma \frac{f}{d_p} \quad \rightarrow \quad d_z = \frac{2d_p}{3\alpha f} \quad \text{Gleichung 2.20}$$

In der Literatur wird meist die vereinfachte Form von Gleichung 2.20 mit $\alpha = 1$ verwendet, wobei diese Annahme nur bei diskontinuierlichem Kornwachstum in guter Näherung gilt. Für eine ausführlichere Betrachtung der Zener Gleichung sei auf die Arbeit von Manohar et. al verwiesen [MAN98].

Zener Pinning wird in vielen Untersuchungen zur thermischen Stabilität von UFG und NC Materialien als eine der Ursachen für die teils außerordentlich hohe Stabilität der Gefüge genannt [PER98, CAO06, FER07]. Wie zuvor erwähnt sind jedoch meist noch weitere Effekte wirksam, da auch Fremdatome, Korngrenzsegregationen oder Mikroporen eine Korngrenzbewegung behindern. Unabhängig davon welcher der genannten Effekte die Korngrenzbewegung im Einzelnen am stärksten beeinflusst, zeigt sich, dass Kornwachstum in UFG und NC Werkstoffen bis zu homologen Temperaturen von $0,5 T_m$ und z.T. darüber hinaus effektiv unterdrückt werden kann [HAH90, CAO01, FER07].

2.6 Textur und Texturanalyse

In polykristallinen Werkstoffen kann jedem Korn anhand der Lage seiner kristallographischen Achsen in Bezug zu einem äußeren Koordinatensystem der Probe eine Orientierung zugewiesen werden. Die Gesamtheit der Orientierungen aller Körner innerhalb einer Probe wird als kristallographische Textur bezeichnet und lässt sich durch eine Orientierungsverteilungsfunktion (ODF, orientation distribution function) quantitativ beschreiben [BUN65]. Sind alle Orientierungen gleichmäßig in der ODF vorhanden so spricht man von einer regellosen Textur. Bei einer Häufung bestimmter Orientierungen liegt eine scharfe oder ausgeprägte Textur vor. Bei einer vollständig regellosen Textur gleichen sich die anisotropen Eigenschaften der einzelnen Körner aus, was makroskopisch zu isotropen Werkstoffeigenschaften führt. Mit zunehmender Schärfe der Textur spiegeln die makroskopischen Eigenschaften dagegen verstärkt die Anisotropie des Kristallgitters wider [KOC00, GOT07].

Bei der Herstellung metallischer Werkstoffe kommt es in vielen Prozessschritten zur Ausbildung von charakteristischen Texturen. Beim Gießen verdrängen schnell wachsende Orientierungen bei der Erstarrung der Schmelze langsamer wachsende Orientierungen, was zu Ausbildung einer Erstarrungstextur führt. Bei der Umformung ändert sich die Orientierung der einzelnen Körner bedingt durch die Abgleitung auf bestimmten bevorzugten Gleitsystemen des Kristallgitters. Bei einer Rekristallisation verformter Metalle erfolgt die Keimbildung häufig in bevorzugten Orientierungen, wodurch charakteristische Rekristallisationstexturen gebildet werden. Ähnliches gilt für eine Kornvergrößerung, bei der aufgrund unterschiedlicher Energie und Beweglichkeit von Korngrenzen bestimmte Orientierungen schneller wachsen als andere [HAA94, CAH96, KOC00, GOT07].

2.6.1 Darstellung kristallographischer Texturen

Zum Vergleich von Texturdaten wird häufig auf die Darstellung in Form von zweidimensionalen Polfiguren zurückgegriffen. Dabei wird die Belegungsdichte einer bestimmten kristallographischen Richtung im Probenkoordinatensystem dargestellt. Dies ermöglicht zwar nicht die Darstellung vollständiger Orientierungen sondern nur einzelner kristallographischer Richtungen, was aber für eine qualitative Betrachtung bei Berücksichtigung mehrerer Richtungen mitunter ausreichen kann. Ein Grund für die Popularität dieser Darstellung ist zudem die relativ einfache Erfassung von (unvollständigen) Polfiguren mittels Röntgenbeugung, welches bis heute das am weitesten verbreitete Verfahren zur Texturanalyse ist. Da Polfiguren im Rahmen dieser Arbeit nicht zur Texturdarstellung verwendet werden, sei für eine detaillierte Betrachtung auf allgemeine Werke zum Thema Texturen wie z.B. von Kocks et al. [KOC00] verwiesen.

Eine sehr anschauliche Beschreibung der Orientierung eines Korns ist mithilfe der Miller-Indizes $\{hkl\}$ $\langle uvw \rangle$ möglich. Für Bleche bzw. flächige Proben ist das äußere Koordinatensystem durch die Walzrichtung (RD), die Richtung der Blechnormalen

(ND) und die Querrichtung (TD) gegeben. In diesem Fall geben die $\{hkl\}$ Indizes die kristallographische Richtung der Blechnormalen an und die $\langle uvw \rangle$ Indizes entsprechen der kristallographischen Richtung parallel zur Walzrichtung. Diese Form der Notation wird häufig zur Betrachtung idealer Lagen verwendet, ist jedoch für eine Darstellung der vollständigen ODF ungeeignet.

Eine weitere Form der Darstellung, die auch die Basis zur Beschreibung der ODF bildet, ist die Angabe von drei Eulerwinkeln. Diese beschreiben eine Folge von Rotationen, durch die das Probenkoordinatensystem in das Kristallkoordinatensystem überführt wird. Hierfür gibt es verschiedene Notationen, z.B. von Bunge, Roe und Kocks [KOC00], wobei in dieser Arbeit die in der Literatur am häufigsten zu findende Bunge Notation mit den Eulerwinkeln φ_1 , Φ , φ_2 verwendet wird. Hierbei wird das Probenkoordinatensystem zuerst um den Winkel φ_1 um die Blechnormale (ND) gedreht, anschließend um Φ um die neue Walzrichtung (RD') und schließlich um φ_2 um die neue Blechnormale (welche der [001] Richtung entspricht) gedreht (Abbildung 2.27).

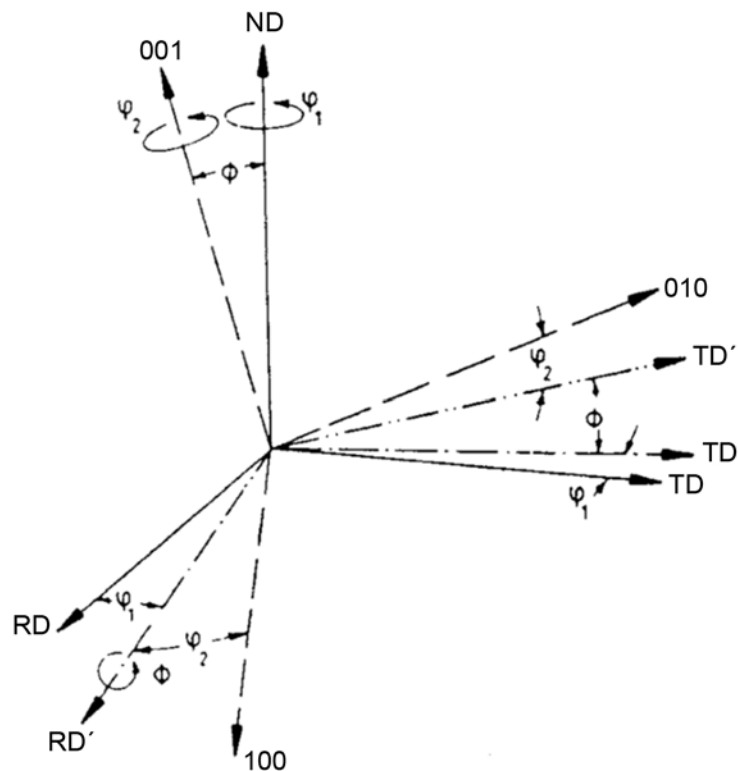


Abbildung 2.27: Definition der Eulerwinkel in Bunge-Notation φ_1 , Φ , φ_2 nach [HAN78].

Die ODF $f(g)$ gibt an, welcher Volumenanteil dV der Probe Orientierungen im Bereich von g bis $g + dg$ enthält. Sie ist so normiert, dass eine regellose Textur für alle Orientierungen den Wert 1 erhält [BUN65]:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad \text{mit} \quad \int_g f(g)dg = 1 \quad \text{Gleichung 2.21}$$

Die Schärfe bzw. Intensität einer Textur wird in der ODF demnach über ein Vielfaches der Belegungsdichte einzelner Orientierungen gegenüber einer regellosen Verteilung

angegeben. Die Darstellung der ODF erfolgt typischerweise im Eulerraum, in dem die drei Eulerwinkeln φ_1 , Φ , φ_2 ein kartesisches Koordinatensystem bilden. Die Ausdehnung des Eulerraums ohne Berücksichtigung von Symmetrien ist $0^\circ \leq \varphi_1 \leq 360^\circ$, $0^\circ \leq \Phi \leq 180^\circ$, $0^\circ \leq \varphi_2 \leq 360^\circ$. Bei orthorhombischer Probensymmetrie und kubischer Kristallsymmetrie kann der Eulerraum in 96 äquivalente Unterräume aufgeteilt werden. Daher genügt für die Texturdarstellung in diesem Fall ein reduzierter Eulerraum in dem alle Winkel ein Intervall von 0° bis 90° abdecken. Aufgrund der Abhängigkeit von den drei Eulerwinkeln bildet die ODF ein vierdimensionales System, das zur anschaulichen Darstellung meist in Form von Schnitten entlang einer Achse des Eulerraums dargestellt wird. Im krz Gitter genügt oft die Darstellung des $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitts (Abbildung 2.28), da dieser alle wesentlichen Verformungs- und Rekristallisationskomponenten enthält [KOC00].

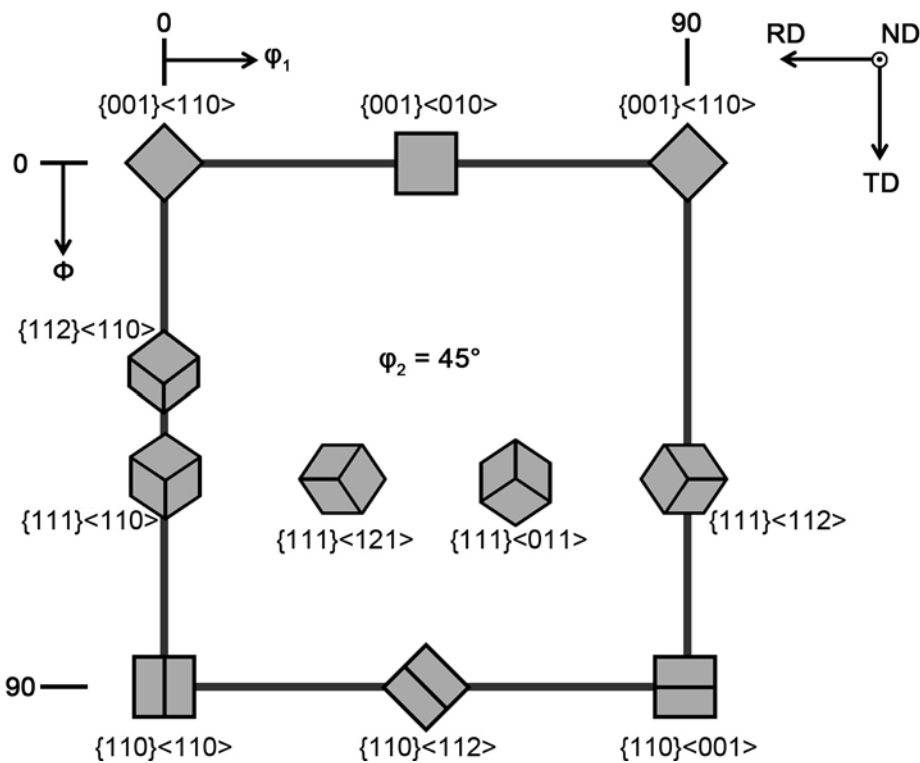


Abbildung 2.28: $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitt durch den Eulerraum mit Markierung wesentlicher kristallographischer Orientierungen, nach [RAA94, RAY94, KOC00].

Eine gegenüber ODF Schnitten vereinfachte Form der Darstellung von Texturen erfolgt anhand von Faserlinien, wobei zwei Eulerwinkel konstant gehalten werden und der $f(g)$ Wert über den dritten Eulerwinkel aufgetragen wird. Diese Form der Darstellung wird vor allem bei krz Metallen angewendet, bei denen die Walz- und Rekristallisationstexturen entlang von Faserlinien die maximale Intensität aufweisen [KOC00].

2.6.2 Walztexturen in kohlenstoffarmen Stählen

Kohlenstoffarme Stähle bilden beim Kaltwalzen charakteristische Faser-Texturen aus, d.h. die höchsten Intensitäten der ODF liegen entlang von Linien mit zwei konstanten Eulerwinkeln. Bei ferritischen Stählen (und den meisten anderen krz Metallen) befinden

sich die intensitätsstärksten Orientierungen der Walztexturen in der α -Faser ($\varphi_1 = 0^\circ$, $0^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$) und der γ -Faser ($60^\circ \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$, $\Phi = 54,7^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$). Mit zunehmendem Abwalzgrad (d.h. zunehmender Dehnung) steigt die Texturintensität an und die Lagen der maximalen Intensitäten entlang der Fasern verschieben sich (Abbildung 2.29). So findet in der α -Faser mit zunehmender Dehnung eine Verschiebung von $\{001\}\langle 110 \rangle$ hin zu $\{112\}\langle 110 \rangle$ oder auch $\{223\}\langle 110 \rangle$ statt [RAA94, RAY94], wobei letztere nach Inagaki die einzige bei Walzverformung stabile Lage darstellt [INA94]. Entlang der γ -Faser verschiebt sich das Maximum mit zunehmender Dehnung von $\{111\}\langle 112 \rangle$ hin zu $\{111\}\langle 110 \rangle$. Die Untersuchungen an IF Stahl von Kamikawa et al. zeigen, dass die charakteristischen Walztexturen und Intensitäten entlang der Faserlinien auch bei Umformung zu sehr hohen Dehnungen mittels ARB auftreten [KAM07]. Eine Voraussetzung ist jedoch, dass die Verformung hauptsächlich durch Walzanteile (Stauchung unter ebener Dehnung) und nicht durch Scherung infolge der Reibung zwischen Walzen und Probe eingebracht wird.

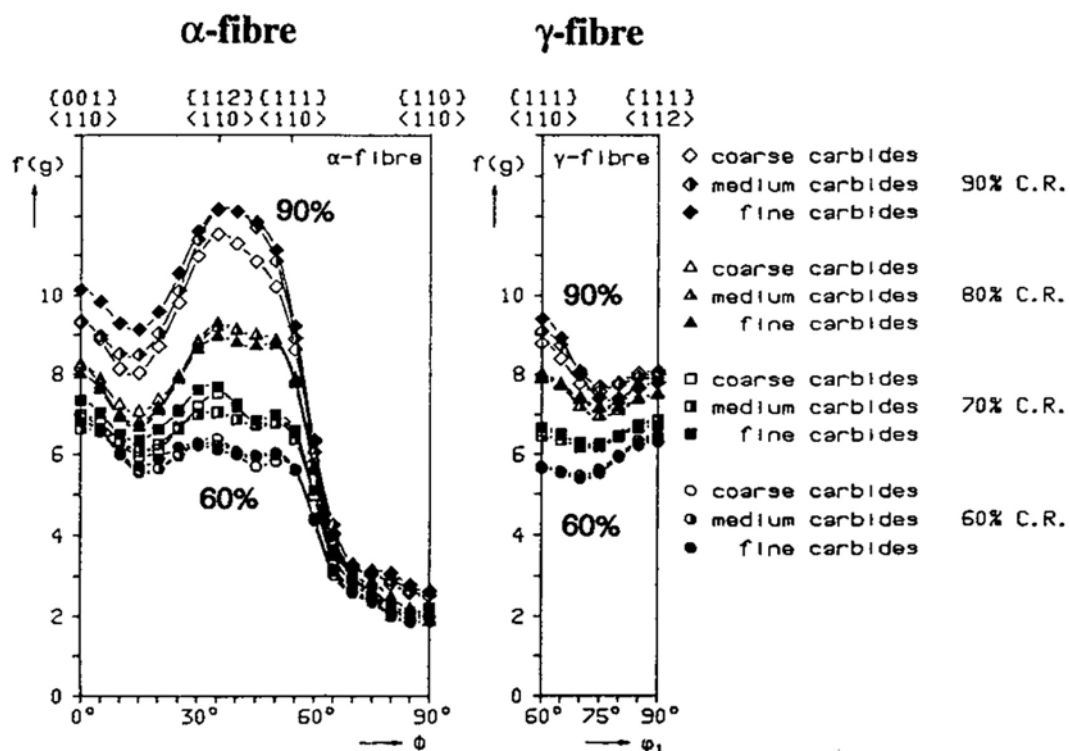


Abbildung 2.29: Intensitäten der ODF entlang der α - und γ -Faser in kohlenstoffarmen Stählen für verschiedene Abwalzgrade und Karbidgrößen [RAA94].

2.6.3 Erholungs- und Rekristallisationstexturen in kohlenstoffarmen Stählen

Zur Entstehung charakteristischer Rekristallisationstexturen aus Verformungstexturen gibt es zwei unterschiedliche Theorien, die in der Literatur als „oriented nucleation“ (orientierte Keimbildung) und „oriented growth“ (orientiertes Keimwachstum) bezeichnet werden. Die Theorie der orientierten Keimbildung beruht darauf, dass bestimmte Orientierungen schneller Keime bilden als andere und daraufhin die Rekristallisationstextur dominieren. Im Gegensatz dazu basiert die Theorie des

orientierten Keimwachstums auf der unterschiedlichen Mobilität von Korngrenzen in Abhängigkeit von ihrer Orientierung. Demnach dominieren in der Rekristallisation die Keime bzw. Körner, deren Korngrenzen in der verformten Matrix eine besonders hohe Mobilität aufweisen (meist Koinzidenzkorngrenzen). Eine Festlegung auf eine der beiden Theorien ist jedoch aus heutigem Standpunkt nicht mehr haltbar [HUM04]. So lassen sich zwar bestimmte Aspekte der Entstehung von Rekristallisationstexturen oft mit einer der beiden Theorien beschreiben, nicht jedoch die vollständige Entwicklung der Textur [RAY94, PAR97, PAR00, HUM04].

Die Rekristallisationstexturen von kaltgewalzten kohlenstoffarmen Stählen lassen sich, ebenso wie die Walztexturen, anhand der Intensitätsverteilung entlang der α - und γ -Faser darstellen [KOC00, HUM04]. So verschwinden bei einer Rekristallisation die $\{001\}\langle 110 \rangle$ und $\{112\}\langle 110 \rangle$ Orientierungen der α -Faser fast vollständig bzw. nähern sich einer statistischen Belegungsdichte an. Entlang γ -Faser ist dagegen ein deutlicher Intensitätsanstieg der $\{111\}\langle 112 \rangle$ Orientierung zu verzeichnen (Abbildung 2.30). Dieser Anstieg kann über orientiertes Keimwachstum direkt mit der Abnahme der $\{001\}\langle 110 \rangle$ Orientierung korreliert werden, da $\{111\}\langle 112 \rangle$ Keime in einer $\{001\}\langle 110 \rangle$ Matrix annähernd $\Sigma 11$ -Koinzidenzkorngrenzen aufweisen.

Ob diese charakteristischen Rekristallisationstexturen auch nach dem Einbringen sehr hoher Dehnungen mittels SPD auftreten, wurde bislang kaum untersucht. Kestens et al. haben gezeigt, dass bei Rekristallisation eines Elektroblechs sowie eines IF Stahls nach ARB eine neue Texturkomponente entlang einer $\{h11\}\langle 1/h,21 \rangle$ Faser mit

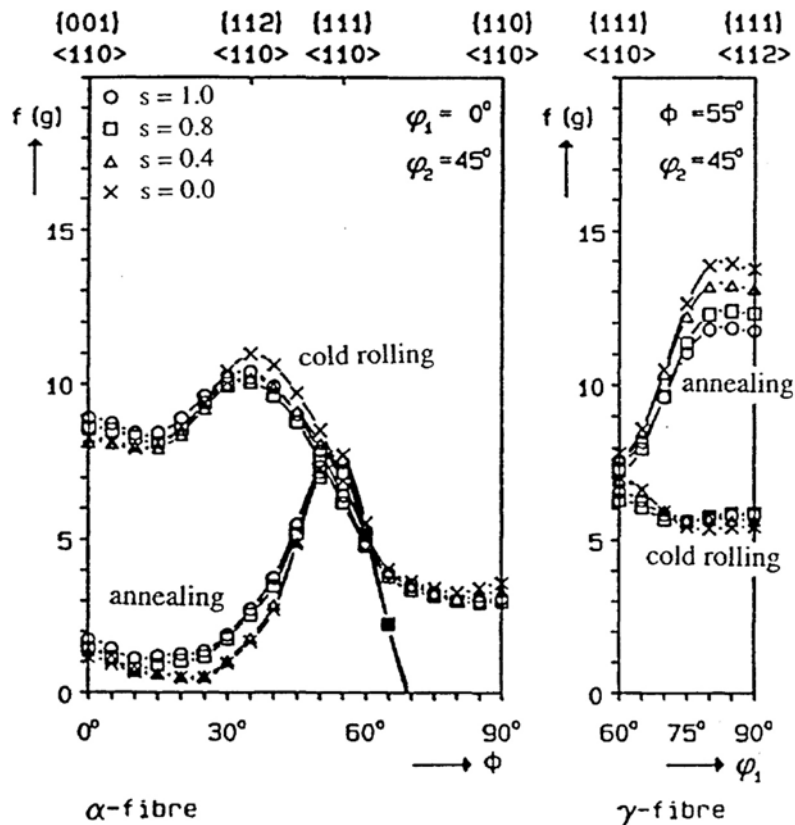


Abbildung 2.30: Intensitäten der ODF entlang der α - und γ -Faser eines kaltgewalzten IF Stahls vor und nach einer Rekristallisationsglühung [PAR97].

einem Maximum bei $\{311\}\langle 136 \rangle$ entsteht [KES10a, KES10b]. Als mögliche Ursache führen die Autoren eine orientierte Keimbildung im Bereich leicht verkippter Körner mit $\{001\}\langle 110 \rangle$ Orientierung an. Ob diese Ergebnisse repräsentativ für ferritische Stähle mit UFG Gefüge durch ARB sind, lässt sich derzeit nicht beurteilen. Einerseits ist die durch ARB erzeugte Verformungstextur stark von der Prozessführung abhängig, andererseits ist zu berücksichtigen, dass eine primäre Rekristallisation nach SPD von ferritischen Stählen möglicherweise nicht stattfindet (siehe Abschnitt 2.5).

Im Gegensatz zur Rekristallisation bleibt bei einer Erholung, sofern diese ohne starke Kornvergrößerung abläuft, die Verformungstextur weitgehend erhalten. Folglich kann anhand der Texturentwicklung eine Differenzierung zwischen den beiden Prozessen erfolgen, wobei dies bei ferritischen Stählen am einfachsten bzw. deutlichsten anhand der Intensitäten entlang der α - und γ -Faser möglich ist. Unter diesem Gesichtspunkt wurde von Song et al. die thermische Stabilität eines thermomechanisch erzeugten UFG Stahls mit fein verteilten Fe_3C -Partikeln untersucht [SON05a]. Dabei zeigte sich, dass Wärmebehandlungen bei 550 °C zu einer Erhöhung der Intensität entlang der α -Faser führen, während die Intensität entlang der γ -Faser abnahm. Dieser Effekt, der gegenläufig zur Texturentwicklung bei einer primären Rekristallisation ist, wird auf eine ausgeprägte Erholung und die höhere gespeicherte Energie von Körnern in γ -Faser Lagen zurückgeführt. Dadurch wachsen Körner in α -Faser Lagen auf Kosten benachbarter Körner mit γ -Faser Lagen an, wodurch die freie Energie des Systems sinkt. Die Unterdrückung eines diskontinuierlichen Anwachsens einzelner Körner oder von Rekristallisationskeimen wird durch „Zener Pinning“ an den fein verteilten Fe_3C -Partikeln erklärt.

Die Texturentwicklung bei diskontinuierlichem Kornwachstum ist bislang, abgesehen von einigen technologisch relevanten Fällen (Goss-Lage in Fe-Si-Legierungen), wenig untersucht und stellt sich als sehr komplex dar. Die Problematik liegt dabei nicht in einem Mangel an Theorien und Modellen zur Texturentwicklung bei sekundärer Rekristallisation. So gibt es durchaus allgemeine Modelle wie z.B. von Abbruzzese und Lücke [ABR86] und spezielle Modelle für einzelne Legierung wie z.B. von Hayakawa und Szpunar [HAY97]. Eine theoretische Beschreibung der Texturentwicklung bei sekundärer Rekristallisation setzt jedoch genaue Kenntnisse der Abhängigkeit der Korngrenzenergie und -mobilität von der Korngrenzorientierung voraus, die in vielen Fällen nur unzureichend vorhanden sind [HUM04].

2.7 Zielstellung der Arbeit

Die gemäß der Hall-Petch Beziehung steigende Festigkeit bei abnehmender Korngröße ist einer der wesentlichen Gründe für das große wissenschaftliche und technologische Interesse an UFG Metallen. Ein Anstieg der Festigkeit durch Kornfeinung in den Bereich $< 1 \mu\text{m}$ ist zwar in der Literatur eindeutig belegt, fällt jedoch oft geringer aus als gemäß der Hall-Petch Beziehung zu erwarten wäre. Bis zu welchen Korngrößen die Hall-

Petch Beziehung ihre Gültigkeit behält und welche Mechanismen den beobachteten Abweichungen zugrunde liegen, ist bislang nicht vollständig geklärt. Ein Ziel dieser Arbeit ist es daher, zu bestimmen, in welchem Umfang die Hall-Petch Beziehung in UFG Gradientengefügen aus Stählen gültig ist und ob neben der Korngröße weitere Parameter einen signifikanten Einfluss auf die lokale Festigkeit haben.

Aufgrund der hohen Korngrenzichte bestehen in UFG Gefügen größere Triebkräfte für Rekristallisations- und Kornwachstumsprozesse als in CG Gefügen (siehe Abschnitt 2.5.2). Dennoch weisen UFG Gefüge nicht zwangsläufig eine geringere thermische Stabilität auf als CG Gefüge, da eine Stabilisierung der Korngröße durch verschiedene Mechanismen bis zu hohen homologen Temperaturen ($> 0,5 T_m$) möglich ist. Zudem weisen UFG Gefüge, abhängig vom HAGB-Anteil, mitunter eine höhere Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum auf als kaltverfestigte CG Gefüge.

Ein Ziel dieser Arbeit ist es, die bei Wärmebehandlungen in UFG Gradientengefügen lokal ablaufenden Prozesse zu identifizieren und zu klären, in welchem Umfang die thermische Stabilität (insbesondere gegenüber diskontinuierlichem Kornwachstum) durch Parameter wie z.B. die Korngröße oder den HAGB-Anteil beeinflusst wird.

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit liegt in der Charakterisierung des Einflusses von Wärmebehandlungen, bzw. der dabei ablaufenden Prozesse, auf die lokalen und globalen mechanischen Eigenschaften der UFG Gradientenwerkstoffe. In diesem Zusammenhang soll untersucht werden, ob Wärmebehandlungen ein geeignetes Mittel zur Optimierung der mechanischen Eigenschaften sind, insbesondere unter dem Aspekt der Festigkeit und Verformbarkeit (Gleichmaßdehnung).

Im Hinblick auf die potentiellen Anwendungen für integral verzweigte Profile mit UFG Gradientengefügen (tragende Strukturen im Automobilbau, Linearführungen, etc.) sind neben der statischen Festigkeit und Verformbarkeit auch die Ermüdungseigenschaften von zentraler Bedeutung. Dabei stehen zwei Aspekte im Vordergrund, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden sollen. Einerseits gilt es zu klären, in wie weit die gesteigerte Härte im Bereich der geringsten Korngrößen zur Verbesserung der Dauerfestigkeit beiträgt. So soll abgeschätzt werden, welches Potential UFG Gradientengefüge in Stahlprofilen für Anwendungen mit hohen zyklischen Biegebeanspruchungen bieten. Andererseits muss bei UFG Gefügen neben der Ermüdungslebensdauer auch die zyklische Stabilität der Gefüge berücksichtigt werden, die häufig mit der thermischen Stabilität korreliert. UFG Gefüge mit geringer thermischer Stabilität neigen zu Kornwachstum unter zyklischer mechanischer Beanspruchung. Somit können analog zu Wärmebehandlungen auch Ermüdungsbeanspruchungen zu einer Kornvergrößerung und damit einem Verlust der hohen Festigkeit von UFG Gefügen führen.

3 Experimentelle Durchführung

3.1 Werkstoffe

Im Rahmen der Arbeit wurden Stähle der Güten ZStE500 und DD11 verwendet, die als Platinen mit Blechdicken von 2 mm (ZStE500) und 6 mm (DD11) vorlagen. Die Stähle wurden vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt zur Verfügung gestellt.

3.1.1 ZStE500

ZStE500 ist ein für das Tiefziehen entwickelter, niedriglegierter, hochfester Feinkornstahl und zählt zur Kategorie der HSLA (high strength low alloy) Stähle. Das Z in ZStE steht für kaltgewalzte Stahlgüten, 500 gibt die Mindeststreckgrenze (in MPa) an, die in mindestens einer der drei Richtungen 0 °, 45 ° und 90 ° zur Walzrichtung erzielt wird. Eine alternative Bezeichnung dieser Stahlgüte ist H480LA. Dabei steht 480 für die über alle drei zuvor genannten Richtungen gemittelte Mindeststreckgrenze (in MPa). Die chemische Zusammensetzung dieser Stahlgüte ist bislang nicht durch Normen genauer spezifiziert. Die Zusammensetzung der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Platinen wurde von der Fa. C.D. WÄLZ HOLZ mithilfe eines Funkenspektrometers bestimmt (Tabelle 3.1).

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs ZStE500 (in Gew.-%).

C	Mn	Cr	Ti	Nb	Al	P	S	Si	Fe
0,07	0,71	0,1	0,002	0,034	0,016	0,01	0,006	0,047	Rest

3.1.2 DD11

DD11 (ehemals StW22, Werkstoffnummer 1.0332) ist ein warmgewalzter, unlegierter Qualitätsstahl zum Kaltumformen [WEG98]. Die chemische Zusammensetzung der Stahlgüte ist nach EN 10111 vorgegeben (Tabelle 3.2), deren Einhaltung nicht überprüft wurde. Die untere Streckgrenze R_{eL} liegt gemäß der Norm zwischen 170 und 360 MPa, die Zugfestigkeit R_m beträgt maximal 440 MPa.

Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs DD11 (in Gew.-%) [WEG98].

C	Mn	P	S	Fe
≤ 0,12	≤ 0,6	≤ 0,045	≤ 0,045	Rest

3.2 Fertigungsverfahren

3.2.1 Spaltprofilieren

Die Platinen des Werkstoffs ZStE500 wurden beidseitig im Reversierbetrieb an einer Versuchsanlage am PtU spaltprofiliert. Der Prozess wurde in 20 Stichen mit einer inkrementellen Spalttiefe $y_{inc} = 1 \text{ mm}$, einem Flankenwinkel der Spaltwalze $\alpha = 10^\circ$ und einer eingestellten Flanschdicke $s_f = 1 \text{ mm}$ durchgeführt.

Die Spaltprofile setzen sich aus einem Steg, dessen Breite der Dicke der verwendeten Blechplatinen entspricht, und jeweils zwei Flanschen pro Seite zusammen (Abbildung 3.1).

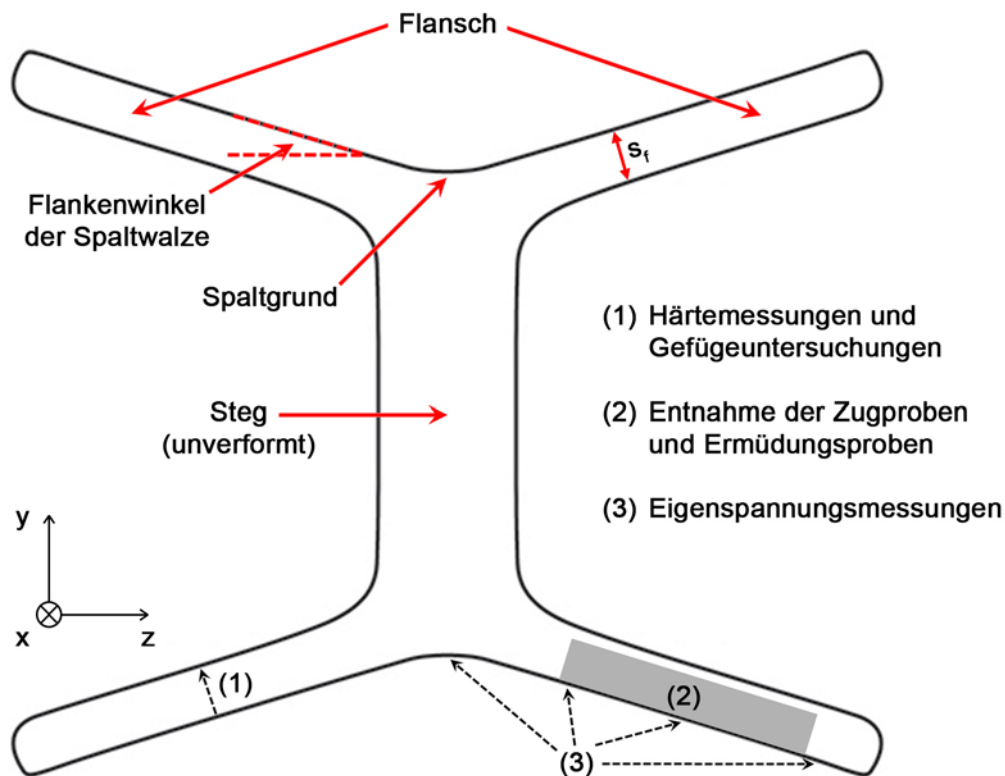


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung eines Spaltprofils und der Positionen der durchgeführten Experimente und der Probenentnahme.

3.2.2 Spaltbiegen

Die Platinen des Werkstoffs DD11 wurden in einem vorgelagerten Biegeprozess um 90° mit einem Innenradius von 5 mm gebogen und anschließend im Reversierbetrieb an einer Versuchsanlage am PtU einseitig spaltgebogen. Der Prozess wurde in 25 Stichen mit einer inkrementellen Spalttiefe $y_{inc} = 1 \text{ mm}$, einem Flankenwinkel der Spaltwalze $\alpha = 30^\circ$ und einer eingestellten Flanschdicke $s_f = 3 \text{ mm}$ durchgeführt.

Die Spaltbiegeprofile setzen sich aus einem Flansch und einem Steg zusammen, wobei der Steg in einen gedünnten Bereich (dessen Breite der Flanschdicke entspricht) und zwei unverformte Bereiche unterteilt ist (Abbildung 3.2).

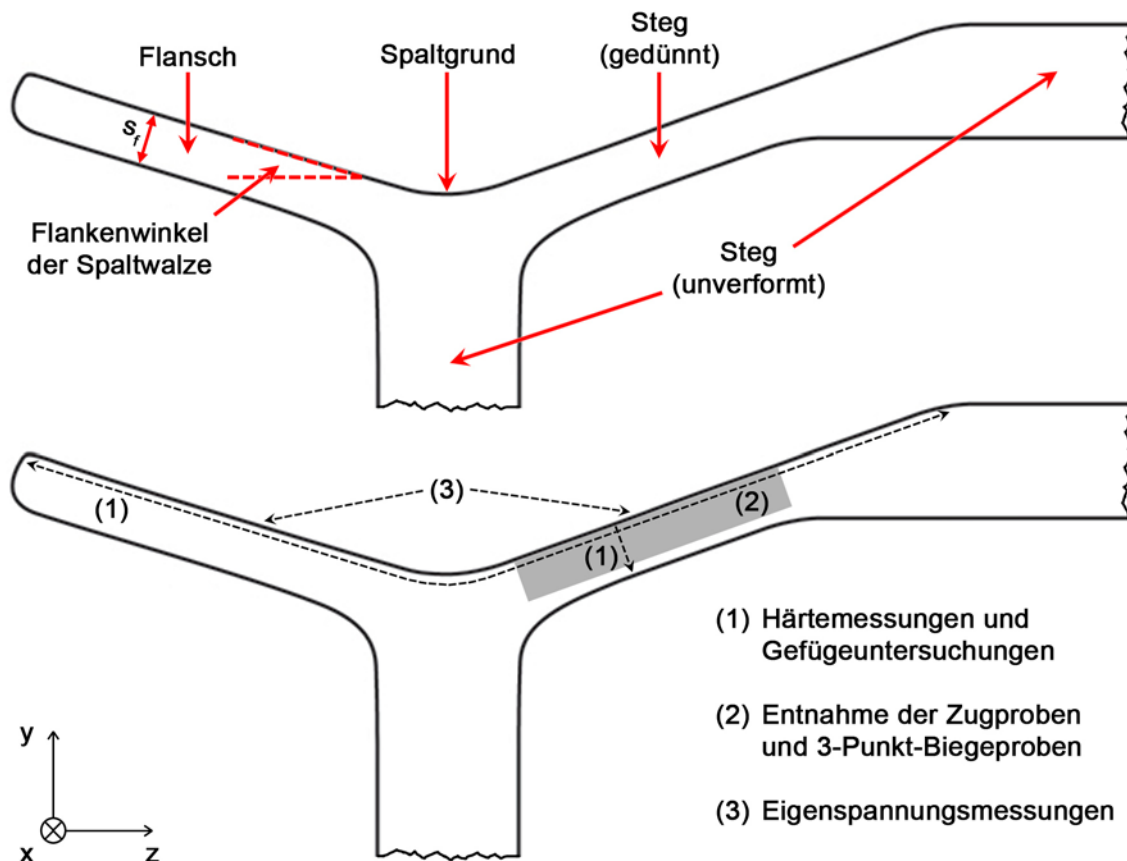


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung eines Spaltbiegeprofils (oben) und der Positionen der durchgeführten Experimente und der Probenentnahme (unten).

3.3 Wärmebehandlungen

Die Wärmebehandlungen an Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen wurden in einem Dreizonen-Rohrofen in waagerechter Anordnung unter Schutzgas (Argon) durchgeführt. Die Lagerung der Proben im Ofen erfolgte auf einem verschiebbaren Al_2O_3 -Tiegel, an dem ein Pt/Ru-Pt-Thermoelement zur Kontrolle der Probentemperatur angebracht war. Die Wärmebehandlungen wurden bei Temperaturen von 300 °C bis 600 °C mit Glühdauern zwischen 2 min und 10 h durchgeführt. Die Glühdauer bezog die Aufheizdauer der Proben im Ofen von 3 min nicht mit ein. Die Abkühlung der Proben nach der Wärmebehandlung erfolgte an ruhender Luft bei Raumtemperatur.

3.4 Gefügecharakterisierung

3.4.1 Präparation von Schliffen

Die zu untersuchenden Probenabschnitte der Spaltprofile, Spaltbiegeprofile und Platinen wurden mithilfe einer CUTO 35 Nasstrennschleifmaschine (JEAN WIRTZ) aus den Profilen bzw. den Platinen getrennt. Die Probenabschnitte wurden in Bakelit mit Grafitzusatz in einer Predopress (STRUERS) bei 180 °C warm eingebettet. Anschließend wurden die Proben auf SiC-Papier mit abnehmender Körnung (320, 500, 800, 1200, 2500, 4000) nass geschliffen und zwischen den einzelnen Schleifschritten unter fließendem Wasser gereinigt. Dem Schleifen folgten zwei Polierschritte mit Diamantsuspensionen der Körnung 3 µm und 1 µm auf Tüchern der Härte Dur und Nap (STRUERS). Vor und nach den Polierschritten wurden die Proben erst unter fließendem Wasser und anschließend im Ultraschallbad in Ethanol gereinigt. Das Schleifen und Polieren wurde auf einem halbautomatischen Schleif- und Poliergerät vom Typ Phoenix 4000 (JEAN WIRTZ) durchgeführt.

Zur Gefügekontrastierung für lichtmikroskopische Aufnahmen wurde eine Nital-Ätzung (2 Vol.-% HNO₃ in Ethanol) bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Dauer der Ätzung betrug 5 bis 10 s.

Für EBSD Messungen wurden die Proben, zur Gewährleistung der erforderlichen Oberflächenqualität, nach der Politur mit Diamantsuspension einem weiteren Polierschritt unterzogen. Hierfür wurde die Mischoxid-Suspension (Al₂O₃ und SiO₂) Masterpolish (BUEHLER) mit einer Partikelgröße von 50 nm und einem pH-Wert von 9 verwendet, die bei niedrig- und unlegierten Stählen zu einer Kombination aus chemischem und abrasivem Materialabtrag führt. Dieser Polierschritt wurde auf einem Vibrationspoliergerät (JEAN WIRTZ) mit einem Microcloth Tuch (BUEHLER) bei einer Polierdauer von mindestens 2 h durchgeführt.

3.4.2 Mikroskopie

Für lichtmikroskopische Aufnahmen wurde ein Axiophot Auflichtmikroskop (ZEISS) mit angeschlossener Digitalkamera verwendet. Die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden an einem DSM 962 (ZEISS) mit Wolframkathode und einem hochauflösenden XL30-FEG (PHILIPS) mit Feldemissionskathode und angeschlossenem EBSD-System (EDAX TSL) durchgeführt. Beide Geräte wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV betrieben.

Für die Durchführung der transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen wurde ein CM20 (FEI) mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV verwendet. Die Präparation elektronentransparenter Proben wurde am Institut für Werkstoff- und Fügetechnik der Otto von Guericke Universität Magdeburg an nicht eingebetteten Proben durchgeführt. Hierfür wurde das Verfahren der Focused-Ion-Beam (FIB) Mikroskopie an einer Strata FIB 201 (FEI) verwendet.

Die EBSD Messungen wurden am hochauflösenden REM bei einer Verkipfung der

Proben um 70° gegenüber dem einfallenden Elektronenstrahl durchgeführt. Für die Messungen wurde ein hexagonales Raster gewählt. Die Datenerfassung und Auswertung erfolgte mithilfe der Software TSL OIM Data Collection 4 und TSL OIM Analysis 4. Die Erfassungsrate der Kikuchi Patterns lag, abhängig vom Zustand der Probe, zwischen 15 und 30 fps.

Die Orientierungsauflösung wurde in der Software auf 2° festgelegt, d.h. benachbarte Punkte mit einer Fehlorientierung $> 2^\circ$ werden durch eine (Sub)Korngrenze getrennt. Zur Identifizierung einzelner Körner wird dabei zwischen Subkorngrenzen ($2 - 5^\circ$ Fehlorientierung) und Korngrenzen ($> 5^\circ$ Fehlorientierung) unterschieden. Ein Korn entspricht einem vollständig von Korngrenzen umschlossener Bereich, der aus mindestens zwei benachbarten Messpunkten besteht. Diese in der Literatur übliche Separation zwischen Korngrenzen und Subkorngrenzen minimiert den Effekt, dass Subkornstrukturen niedriger Verkipfung, wie z.B. Versetzungszellen, als separate Körner identifiziert werden. Eine detailliertere Betrachtung der Aussagekraft von EBSD Messungen und möglicher Fehlerquellen des Verfahrens findet sich im Rahmen der Fehlerbetrachtung im Anhang.

Die Indizierung der Kikuchi Patterns erfolgte auf Basis der Strukturdaten von α -Fe. Zwar sind beide Werkstoffe zweiphasig, d.h. enthalten neben α -Fe auch Fe_3C , jedoch ist eine zuverlässige Detektion von Fe_3C mittels EBSD aus mehreren Gründen nicht möglich. Aufgrund der unterschiedlichen Festigkeit und chemischen Beständigkeit gegenüber der Poliersuspension werden die beiden Phasen bei der Präparation nicht gleichmäßig abgetragen. Dadurch kommt es zu Diskrepanzen zwischen den Anteilen der Phasen an der Oberfläche und im Volumen. Desweiteren weist Fe_3C aufgrund der gegenüber α -Fe niedrigeren Symmetrie deutlich schwächere Kikuchi-Pattern auf. In Verbindung mit der geringen Größe der Fe_3C -Partikel oder Lamellen tritt der Effekt auf, dass das Anregungsvolumen neben Fe_3C oft auch α -Fe enthält. In diesem Fall überdecken die stärkeren Pattern des α -Fe für gewöhnlich die des Fe_3C , was zu einer Verfälschung der Phasenanteile führt. Dieser Fehler kann auch bei einer Kombination aus EBSD und EDX nur teilweise kompensiert werden, da die Auflösung von EDX gegenüber EBSD bei Verwendung massiver Proben über eine Größenordnung niedriger ist. Zudem sind für EDX Messungen deutlich längere Messzeiten pro Punkt erforderlich. Dadurch würde der Zeitbedarf für großflächige Mappings um ein Vielfaches ansteigen, was in Anbetracht der Anzahl der für diese Arbeit erforderlichen EBSD Messungen nicht durchführbar wäre.

Alle EBSD Messungen wurden einer dreistufigen Clean-Up Prozedur unterzogen. Im ersten Schritt wurde der Confidence Index, der ein Maß für die Zuverlässigkeit der Indizierung ist, über alle zu einem Korn zählenden Punkte auf den Maximalwert der betreffenden Punkte angehoben. Im zweiten Schritt wurden Punkte mit einem niedrigen Confidence Index ($< 0,1$), in deren direkter Nachbarschaft sich mindestens drei Punkte eines Korns mit hohem Confidence Index ($> 0,4$) befinden, an die Orientierung des Nachbarkorns angepasst. Im dritten und letzten Schritt wurde ein einzelner Durchlauf einer Kornausdehnungs-Routine (grain dilation) durchgeführt. Dabei wird die Orientierung von Punkten, die zu keinem Korn zugehörig sind, aber an mindestens ein Korn angrenzen, der Orientierung des Korns angeglichen, das die meisten direkt

benachbarten Punkte aufweist. Punkte die nach Durchlaufen der drei Clean-Up Prozesse nicht Teil eines Kornes waren oder einen Confidence Index $< 0,1$ aufwiesen, wurden für die weitere Auswertung nicht berücksichtigt.

Zur qualitativen Darstellung der Gefügemorphologie und Orientierungsverteilung aus EBSD Messungen werden im Rahmen dieser Arbeit Orientierungskarten verwendet, deren Farbkodierung sich an einer inversen Polfigur orientiert (IPF Darstellung). Zur besseren Abgrenzung der einzelnen Körner und zur Veranschaulichung der Korngrenzcharakteristik wird den Orientierungskarten eine Liniendarstellung der Korngrenzen überlagert. Dabei werden Großwinkelkorngrenzen (HAGBs) mit einer Fehlorientierung $> 15^\circ$ als schwarze Linien und Kleinwinkelkorngrenzen (LAGBs) mit einer Fehlorientierung von $2 - 15^\circ$ als weiße Linien dargestellt.

3.4.3 Gefügeanalyse

Die den EBSD Messungen zugrundeliegende Statistik ermöglicht die Berechnung von verschiedenen Gefügeparametern wie der Korngröße, der Korngrößenverteilung oder des Aspektverhältnisses. Die Bestimmung der mittleren Korngröße erfolgt auf Basis der Kornfläche und unabhängig von der Kornform. Dabei wird für jedes Korn der Durchmesser eines globularen Kornes äquivalenter Fläche berechnet und anschließend über die Werte aller erfassten Körner gemittelt. Die Bestimmung der Pancake-Dicke von gestreckten Gefügen erfolgte mittels eines in die TSL OIM Analysis 4 Software integrierten Linienschnittverfahrens. Dabei gelten die gleichen Kriterien wie zur Identifizierung und Flächenberechnung von einzelnen Körnern, d.h. Subkorngrenzen mit einer Fehlorientierung von $2 - 5^\circ$ werden nicht berücksichtigt. Zur Bestimmung des Aspektverhältnisses werden jeweils die Quotienten aus dem maximalen und minimalen Durchmesser der einzelnen Körner berechnet und anschließend über alle Körner gemittelt.

Die Korngrößenbestimmung an lichtmikroskopischen Aufnahmen wurde mithilfe der Computersoftware Lince 2.4.2 β nach dem Linienschnittverfahren mit einem Konversionsfaktor von 1,56 durchgeführt. Eine direkte Vergleichbarkeit zwischen den auf Basis lichtmikroskopischer Aufnahmen ermittelten Korngrößen mit den aus EBSD Messungen abgeleiteten Werten ist aufgrund der Unterschiede in den zugrundeliegenden Verfahren nicht gegeben. Aus diesem Grund werden für vergleichende Darstellungen verschiedener Gefüge ausschließlich an EBSD Messungen ermittelte Gefügekennwerte verwendet.

3.4.4 Texturanalyse

Die Texturanalysen an Spaltprofilen aus ZStE500 erfolgten auf Basis der mittels EBSD ermittelten Orientierungsdaten. Die zugrundeliegenden EBSD Messungen umfassen jeweils mehr als 1000 Körner mit Ausnahme der Messungen an Proben die bei 600°C für 1 h wärmebehandelt wurden, welche zwischen 400 und 1000 Körner umfassen. Die

Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) erfolgte mithilfe der Software TSL OIM Analysis 5 durch eine Reihenentwicklung von Kugelfunktionen (harmonic series expansion) mit einer Halbwertsbreite von 5° und einem Entwicklungsgrad von 34. Die Reihenentwicklung basiert auf den gemittelten Orientierungen aller erfassten Körner, gewichtet nach der Kornfläche. Bei der Berechnung der ODF wurde keine vorgegebene Symmetrie erzwungen.

Zur anschaulichen Betrachtung der Texturen wurden Schnitte durch die ODF mit einem konstanten Winkel φ_2 im Bereich von $\varphi_2 = 0^\circ$ bis $\varphi_2 = 90^\circ$ in Intervallen von 5° berechnet. Die Darstellungen in dieser Arbeit beschränken sich aus Gründen der Übersichtlichkeit auf die $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitte, die bei krz Metallen alle wesentlichen Komponenten von Verformungs- und Rekristallisationstexturen beinhalten.

3.5 Eigenspannungsmessungen

Die Bewertung der Ermüdungseigenschaften erfordert die Betrachtung von makroskopischen Eigenspannungen im Material, welche die Mittelspannung der Wechselbelastung verschieben. Hierfür wurden Untersuchungen der oberflächennahen Eigenspannungen am Eigenspannungslabor Eigenmann in Schnaittach (ZStE500 Spaltprofil) und am Fachgebiet für Strukturforschung des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften der TU Darmstadt (DD11 Spaltbiegeprofil) durchgeführt.

Die Eigenspannungen im Bereich der Flanschoberseite von Spaltprofilen und der Oberseite des Flansches sowie des gedünnten Stegs von Spaltbiegeprofilen wurden röntgenografisch mittels des $\sin^2(\psi)$ -Verfahren ermittelt. Hierbei wurde ein Elastizitätsmodul $E = 220 \text{ GPa}$ und einer Poissonzahl $\nu = 0,28$ zugrundegelegt. Zur Anpassung der Reflexe wurde eine Pseudo-Voigt-Funktion verwendet. Die Eigenspannungsanalysen an Spaltprofilen aus ZStE500 wurden mit $\text{Cr K}\alpha$ -Strahlung an $\{211\}$ -Gitterebenen unter Annahme einer spannungsfreien Reflexlage $2\Theta_0 = 156,36^\circ$ durchgeführt. Die Untersuchungen an Spaltbiegeprofilen aus DD11 erfolgten mit $\text{Cu K}\alpha$ -Strahlung an $\{110\}$ -Gitterebenen unter Annahme einer spannungsfreien Reflexlage $2\Theta_0 = 44,77^\circ$.

3.6 Mechanische Werkstoffcharakterisierung

3.6.1 Härtemessungen

Die Härteprüfung wurde nach Vickers an einem Kleinlasthärteprüfer M-400-G2 (LECO) und einem Nanoindenter vom Typ Fischerscope H100 (FISCHER) durchgeführt. Die Prüflast des Kleinlasthärteprüfers wurde zu 50 g ($\text{HV}0,05$) gewählt. Die Maximalkraft bei Härteprüfung mithilfe des Nanoindenters betrug 10 mN ($\text{HV}0,001$). Der Nanoindenter wurde ausschließlich für die Untersuchung der Härte an ermüdeten Proben verwendet, bei denen eine hohe Ortsauflösung (d.h. geringe Größe der Härteeindrücke) erforderlich war. Die Verwendung eines Kleinlasthärteprüfers war in diesem Fall nicht möglich, da derart kleine Eindrücke ($< 10 \mu\text{m}$) lichtmikroskopisch nicht mehr mit ausreichender

Präzision vermessen werden können.

Die Härte der Anlieferungszustände beider Werkstoffe wurde im Flachscliff an zehn statistisch verteilten Punkten und im Längs- und Querschliff als Verlauf über die Blechdicke gemessen. Die Härtemessungen an Spaltprofilen aus ZStE500 wurden im Querschliff als Verläufe senkrecht zur Flanschoberseite durchgeführt (vergleiche Abbildung 3.1). Der Abstand zum Spaltgrund betrug bei allen gemessenen Härteverläufen 6 mm. Die Härteverteilung in Spaltbiegeprofilen aus DD11 wurde an Querschliffen in Verläufen parallel und senkrecht zur Kontaktfläche der Spaltwalze, d.h. der Flanschoberseite bzw. der Oberseite des gedünnten Stegs, gemessen (vergleiche Abbildung 3.2). Alle Härteverläufe an Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen wurden mindestens dreifach gemessen und gemittelt.

3.6.2 Zugversuche

Zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften der Anlieferungszustände sowie der mittleren mechanischen Eigenschaften über die Gradienten in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen wurden Zugversuche an einer elektromechanischen Universalprüfmaschine vom Typ INSTRON 5569 durchgeführt. Alle Proben wurden mit konstanter Traversengeschwindigkeit, bei einer Anfangsdehnrates $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, bis zum Bruch belastet.

Die Abmessungen der Flachzugproben aus ZStE500 orientierten sich an vorangegangenen Untersuchungen [BOH10] und betrugen $L_0 = 3 \text{ mm}$, $B_0 = 2 \text{ mm}$ und $D_0 = 0,8 \text{ mm}$. Die Zugproben wurden in Walzrichtung aus den Platinen im Anlieferungszustand und den Flanschen von Spaltprofilen entnommen. Für die Erstellung eines Dauerfestigkeitsschaubilds nach Smith wurde zusätzlich die Zugfestigkeit quer zur Walzrichtung des Anlieferungszustands an Proben mit den Abmessungen $L_0 = 55 \text{ mm}$, $B_0 = 10 \text{ mm}$ und $D_0 = 2 \text{ mm}$ bestimmt. Die Abmessungen der Zugproben aus DD11 Spaltbiegeprofilen betrugen $L_0 = 12 \text{ mm}$, $B_0 = 4 \text{ mm}$ und $D_0 = 0,8 \text{ mm}$ und wurden aus dem unverformten und dem gedünnten Bereich des Stegs jeweils in Walzrichtung entnommen. Bei der Entnahme von Proben mit UFG Gradientengefügen wurde ausschließlich Material von der Unterseite des Flansches bzw. gedünnten Stegs abgetragen, so dass die Proben den Gefügegradienten von der Oberseite bis zu einer Tiefe von 0,8 mm enthalten.

3.6.3 Ermüdung

Zur Untersuchung der Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen wurden Ermüdungsexperimente unter 3-Punkt-Biegung durchgeführt, die es ermöglichen, die maximale Beanspruchung auf die Probenoberfläche und damit auf das UFG Gefüge zu konzentrieren. Für den Werkstoff ZStE500 wurden Biegeproben mit rechteckigem Querschnitt ($L = 25 \text{ mm}$, $B = 3 \text{ mm}$, $H = 0,8 \text{ mm}$) verwendet, die jeweils in Walzrichtung aus den Flanschen von Spaltprofilen und den Platinen im Anlieferungszustand entnommen wurden. Für den Werkstoff DD11 wurden Biegeproben mit quadratischem

Querschnitt ($L = 25 \text{ mm}$, $B = 2 \text{ mm}$, $H = 2 \text{ mm}$) verwendet, die jeweils in Walzrichtung aus dem gedünnten Steg und dem unverformten Steg von Spaltbiegeprofilen entnommen wurden. Die Kanten der Biegeproben wurden manuell mit Schleifpapier (4000er Körnung) entgratet. Zur Minimierung von Reibungseffekten wurde an den Kontaktstellen zwischen Probe und Auflagern Teflonband verwendet.

Die Ermüdungsexperimente wurden mit einer sinusförmigen Belastung bei einem Belastungsverhältnis $R = 0,2$ an einer servohydraulischen Prüfmaschine vom Typ PSB 63 (SCHENCK) durchgeführt. Die Prüfmaschine wurde mit einer Frequenz von 30 Hz in Kraftregelung (statische PID Parameter) bei einer Datenerfassungsrate von 1 kHz betrieben. Als Abbruchkriterien für ein Versagen wurde ein Unterschreiten der Maximalkraft von 50 % gegenüber dem Sollwert angesetzt. Als Abbruchkriterium für eine dauerfeste Belastung wurde das Erreichen von 10^7 Lastwechseln festgelegt.

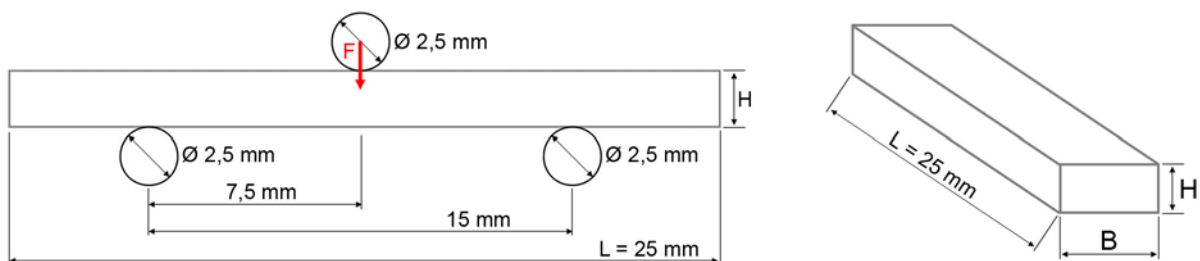


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Aufbaus der 3-Punkt-Biegevorrichtung.

Die Ermüdungsversuche zur Bestimmung der Wöhlerkurve von DD11 unter Zug-Druck-Wechselbelastung ($R = -1$) wurden an einer Umlaufbiegemaschine vom Typ PUNZ (SCHENCK) mit einer Frequenz von 50 Hz durchgeführt. Die Ermüdungsproben wurden mit den in Abbildung 3.4 dargestellten Abmessungen aus dem unverformten Steg von Spaltbiegeprofilen in Walzrichtung entnommen. Zur Minimierung der Oberflächenrauigkeit wurden die Proben im Bereich der Kehlung mit einer $3 \mu\text{m}$ Diamantsuspension poliert. Die exakte Dicke der Proben im engsten Querschnitt wurde nach dem Polieren lichtmikroskopisch bestimmt.

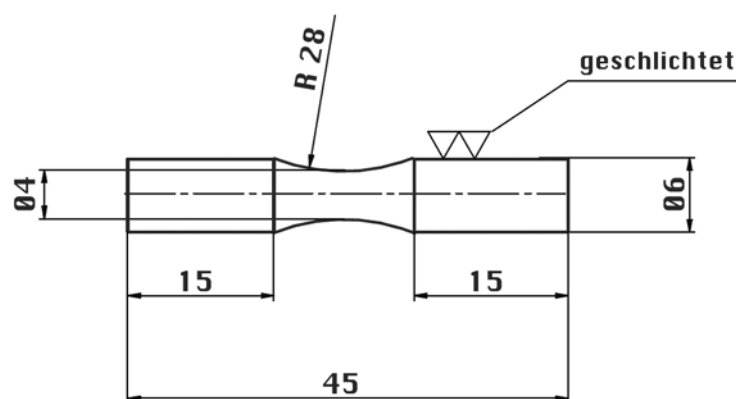


Abbildung 3.4: Abmessungen der Umlaufbiegeproben.

Die maximale Spannungsamplitude σ_a liegt bei Umlaufbiegung an der Oberfläche im engsten Querschnitt der gekehlten Probe vor und wird an der Umlaufbiegemaschine über ein Laufgewicht an einem Lastarm eingestellt. Für die verwendete Umlaufbiegemaschine

mit einem Laufgewicht von 1,5 kg gilt der folgende Zusammenhang zwischen σ_a , der Länge des Lastarms l und dem Durchmesser im engsten Querschnitt d :

$$l = \frac{\sigma_a d^3}{299,77 \text{ N}} \cdot 1,1 \quad \text{Gleichung 3.1}$$

3.6.4 FEM Modellierung

Die Notwendigkeit für eine Modellierung der Ermüdungsexperimente unter 3-Punkt-Biegung ergibt sich aus der Tatsache, dass sich Biegeproben auch bei Ermüdung im HCF Bereich plastisch verformen können. Derartige Änderungen der Geometrie führen dazu, dass die linear elastische Balkentheorie nicht länger zur Berechnung der Spannungsverhältnisse anwendbar ist.

Die Modellierung der 3-Punkt-Biegung wurde am PtU mithilfe der Software MSC Marc Mentat mit implizitem Solver durchgeführt. Die Geometrie der Biegebalken und der Auflager wurde für beide Werkstoffe bzw. Probengeometrien zweidimensional modelliert. Die Auflager wurden als starre Körper (keine elastische Nachgiebigkeit) mit reibfreien Kontakten zur Probe modelliert. Als Werkstoffmodell der CG Anlieferungszustände wurden Fließkurven nach Swift verwendet, die anhand von Zugversuchen für beide Werkstoffe bestimmt wurden. Die UFG Gradientengefüge wurden über 6 Schichten (ZStE500) bzw. 8 Schichten (DD11) mit unterschiedlicher Kaltverfestigung abgebildet (Abbildung 3.5). Die lokalen Streckgrenzen innerhalb der einzelnen Lagen wurden anhand von Härteverläufen abgeschätzt.

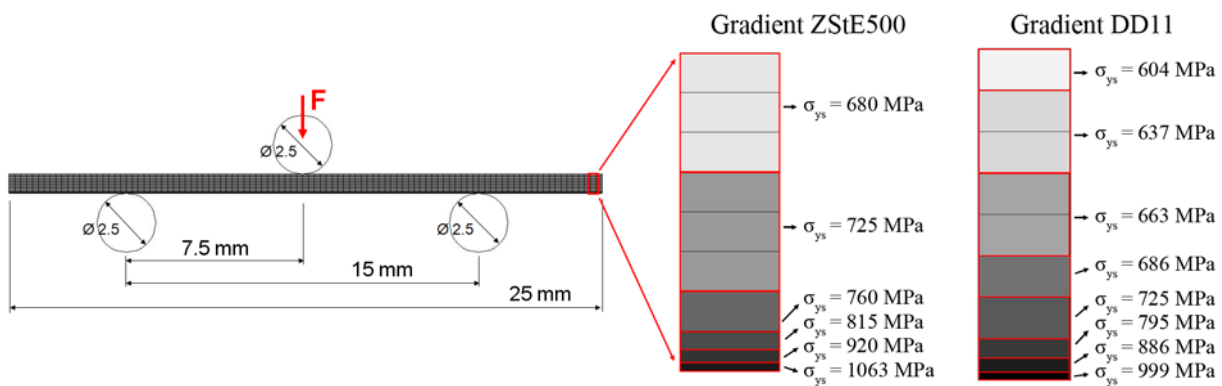


Abbildung 3.5: Modellierung einer 3-Punkt-Biege-Beanspruchung von Proben mit Festigkeitsgradienten, die über Schichten mit lokal unterschiedlichen Streckgrenzen angenähert werden.

4 Ergebnisse

4.1 Gefügeanalyse

4.1.1 Charakterisierung des Anlieferungszustands

ZStE500

Das Gefüge des HSLA Stahls ZStE500 im kaltgewalzten Anlieferungszustand ist durch eine ferritische Matrix mit fein verteilten Zementit-Ausscheidungen (Fe_3C) gekennzeichnet, die überwiegend an den Korngrenzen des Ferrits lokalisiert sind. Der mittlere Durchmesser der Fe_3C Partikel wurde im hochauflösenden REM zu 550 nm bei einer Standardabweichung von 250 nm bestimmt (siehe Abbildung A.1 im Anhang). Die mittlere Korngröße des Ferrits wurde lichtmikroskopisch mittels Linienschnittverfahren zu 6 μm bestimmt. EBSD Messungen ergeben eine mittlere Korngröße von 1,6 μm und einen Anteil an HAGBs von 36 %. Die Diskrepanz resultiert einerseits aus den unterschiedlichen Verfahren zur Korngrößenbestimmung und aus der Tatsache, dass LAGBs lichtmikroskopisch anhand eines geätzten Schiffs überwiegend nicht auflösbar sind (Abbildung 4.1).

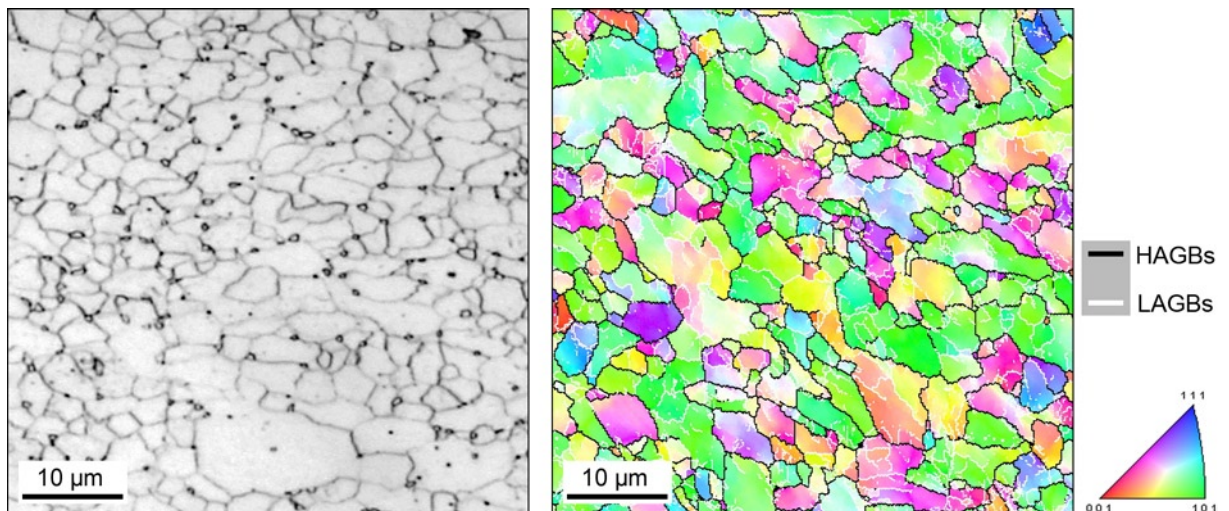


Abbildung 4.1: Gefüge im Querschliff des ZStE500 Anlieferungszustands - geätzter Schliff im Lichtmikroskop (links) und IPF-Darstellung des Ferrits einer EBSD Messung (rechts).

DD11

Der unlegierte Stahl DD11 weist im warmgewalzten Anlieferungszustand ein ferritisch-perlitisches Gefüge auf. Der Perlit-Anteil wurde lichtmikroskopisch zu ca. 15 % bestimmt, was in guter Näherung dem Erwartungswert, gemäß dem metastabilen Fe- Fe_3C Phasendiagramm bei 0,1 % Kohlenstoff, entspricht. Die mittlere Korngröße der ferritischen Matrix wurde lichtmikroskopisch mittels Linienschnittverfahren zu ca. 16 μm ermittelt.

EBSD Messungen liefern auch bei diesem Werkstoff einen deutlich geringeren Wert von ca. 5 μm . Im Gegensatz zum ZStE500 ist die große Diskrepanz beim DD11 weniger auf LAGBs zurückzuführen, die mit einem Anteil von 26 % nur schwach ausgeprägt sind. Die wesentliche Ursache liegt darin, dass die aus EBSD Messungen berechnete Korngröße den Mittelwert des Ferrits in allen Gefügebestandteilen widerspiegelt, was Perlitkolonien mit einschließt. Eine separate Bestimmung der Korngröße der ferritischen Matrix ist mittels EBSD nicht ohne aufwändige manuelle Nachbearbeitung möglich. Die ermittelte Korngröße von 5 μm kann in diesem Zusammenhang nicht als repräsentativer Wert für die ferritische Matrix angesehen werden.

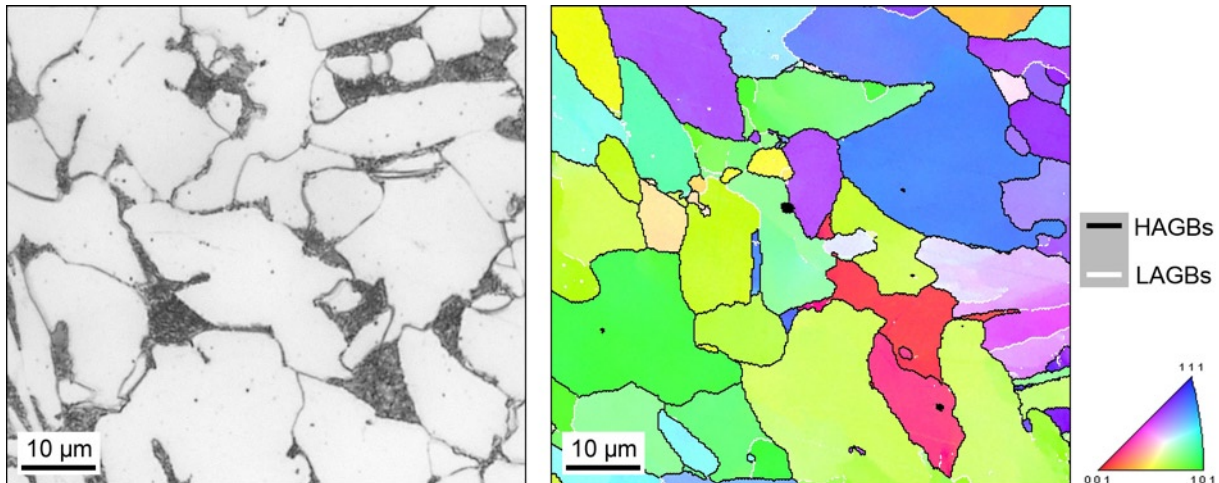


Abbildung 4.2: Gefüge im Querschliff des DD11 Anlieferungszustands - geätzter Schliff im Lichtmikroskop (links) und IPF-Darstellung des Ferrits einer EBSD Messung (rechts).

4.1.2 Gefüge in Spaltprofilen aus ZStE500

Gefüge im Ausgangszustand

Die EBSD Messungen (Querschliff) im Gefügegradienten senkrecht zur Flanschoberseite zeigen gestreckte Gefüge, deren Streckungsgrad in Richtung der Flanschoberseite zunimmt (Abbildung 4.3). EBSD Messungen im Längsschliff zeigen ähnliche Gefügeabmessungen (siehe Anhang Abbildung A.2), so dass von einem Pancake Gefüge gesprochen werden kann.

Eine quantitative Auswertung der EBSD Messungen zeigt, dass die mittlere Korngröße ausgehend von weniger als 300 nm nahe der Flanschoberseite, in Richtung der Flanschunterseite kontinuierlich ansteigt, jedoch in allen Bereichen unterhalb von 1 μm bleibt (Abbildung 4.4). Die mittels Linienschnittverfahren bestimmte Pancake Dicke, welche dem mittleren Korngrenzabstand senkrecht zur Flanschoberseite entspricht, zeigt einen ähnlichen, annähernd linearen Anstieg, der zu geringeren Werten verschoben ist. Das Aspektverhältnis beträgt nahe der Flanschoberseite ~ 9 und fällt in Richtung der Flanschunterseite auf ~ 4 ab. Die Breite der lokalen Korngrößenverteilung ist über den Gefügegradienten weitgehend konstant und liegt zwischen 1,5 und 2 Dekaden (siehe Anhang Abbildung A.3).

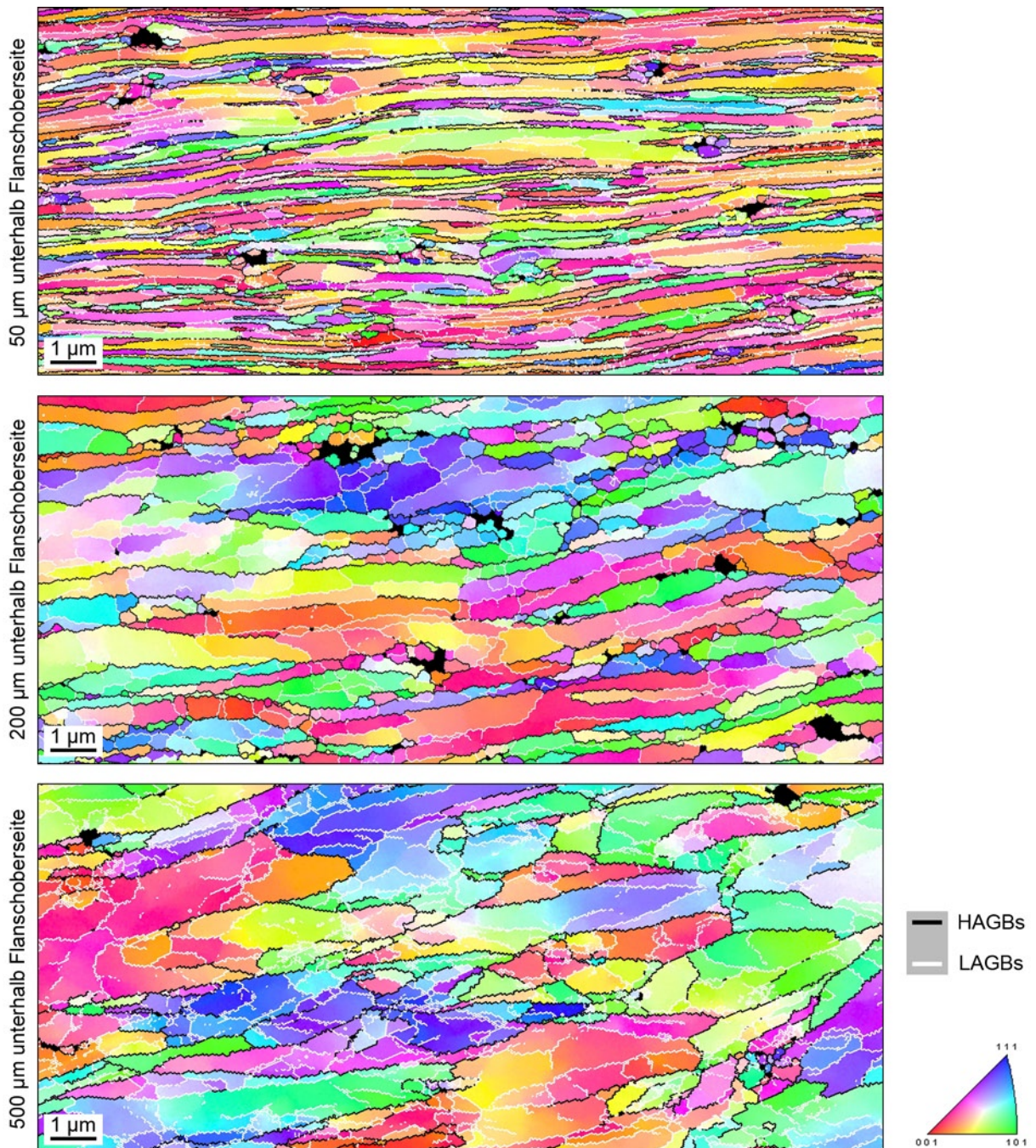


Abbildung 4.3: IPF-Darstellung des Gefügegradienten senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

Die Abbildungen 4.3 und 4.5 zeigen eine Abnahme der Korngrenzichte und des prozentualen Anteils von HAGBs mit steigendem Abstand zur Flanschoberseite, wogegen die LAGB-Dichte in etwa konstant bleibt. Nahe der Flanschoberseite liegen kaum Subkornstrukturen (Netzwerke aus LAGBs mit 2 - 5 ° Fehlorientierung innerhalb der Körner) vor. Mit zunehmender Entfernung zur Flanschoberseite steigt der Abstand der überwiegend parallel zur Flanschoberseite ausgerichteten HAGBs, wobei die dazwischenliegenden Bereiche verstärkt Netzwerke aus LAGBs aufweisen. Der Gefügegradient im Flansch stellt somit einen Übergang von einem Pancake UFG Gefüge (Flanschoberseite) zu einem konventionell kaltverfestigten Gefüge mit ausgeprägten Subkornstrukturen (Flanschunterseite) dar.

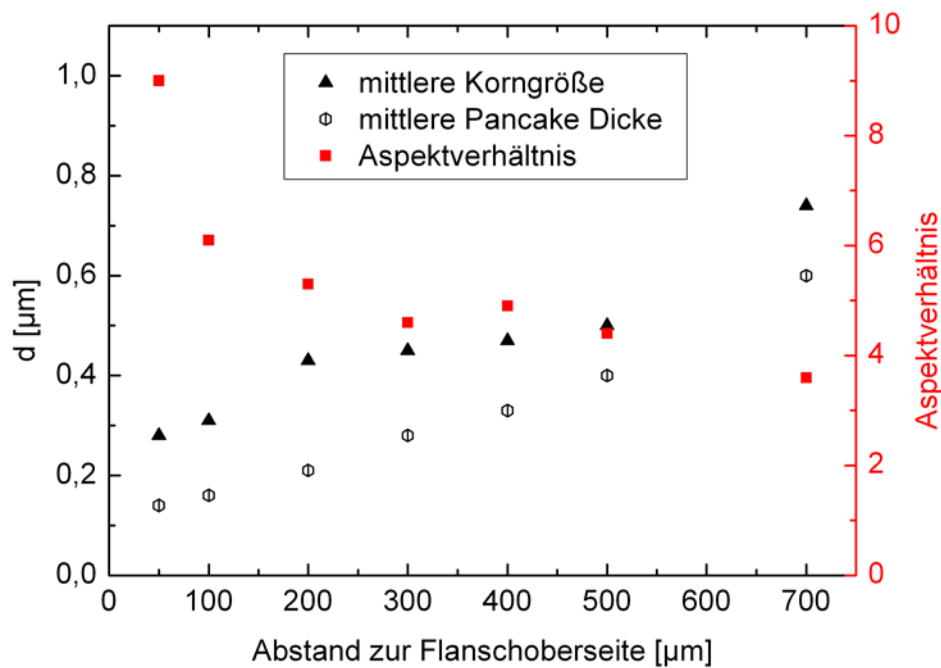


Abbildung 4.4: Korndimensionen und Aspektverhältnis im Gefügegradienten senkrecht zur Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500.

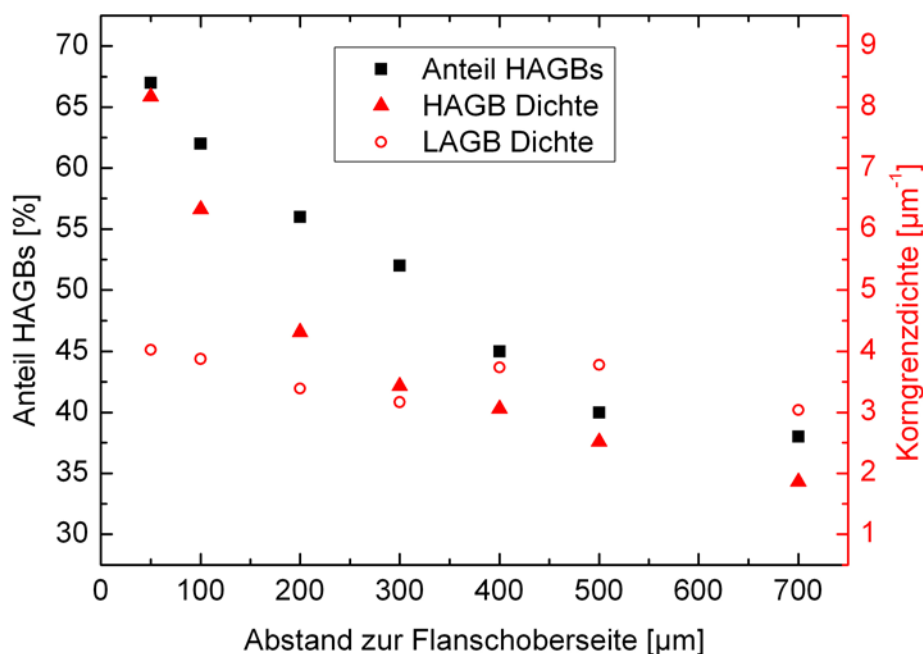


Abbildung 4.5: Anteil an HAGBs und Korngrenzdicke von LAGBs und HAGBs im Gefügegradienten senkrecht zur Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500.

Die HAGB-Anteile zwischen 60 und 70 % nahe der Flanschoberseite liegen deutlich unterhalb des Erwartungswertes einer statistischen Verteilung von ca. 97 % [MAC58]. Der verhältnismäßig hohe LAGB-Anteil lässt somit auf ausgeprägte Subkornstrukturen schließen, was in einem scheinbaren Widerspruch zu den IPF Darstellungen steht. Diese Diskrepanz resultiert aus der starken Textur, die beim Spaltprofilierprozess entsteht, wodurch der Erwartungswert für LAGBs steigt. Eine texturgebundene statistische Verteilung der Fehlorientierung von Korngrenzen liegt deutlich näher an

der gemessenen Verteilung als eine texturlose Verteilung nach MacKenzie (Abbildung 4.6). Aus der texturgebundenen Fehlorientierungsverteilung im Abstand von $50\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite ergibt sich ein Erwartungswert von 81 % HAGBs. Somit entfallen bei einem gemessenen HAGB-Anteil von 67 % nur etwa 14 % der gesamten Korngrenzfläche auf Substrukturen. Diese Angabe ist jedoch nur ein relativ grober Schätzwert, da Fehlorientierungen $< 2^\circ$ nicht erfasst wurden und LAGB-Segmente als Artefakte infolge einer ungenauen Indizierung entstehen können.

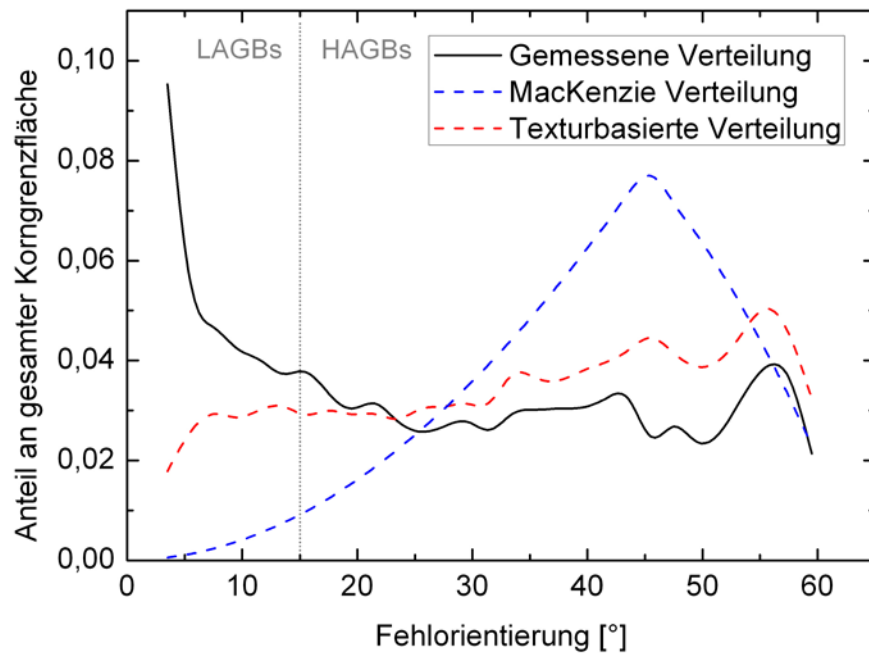


Abbildung 4.6: Gemessene und statistische Häufigkeitsverteilung der Fehlorientierung von Korngrenzen im Abstand von $50\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500 (Intervallbreite der Fehlorientierung = 2°).

Gefüge nach Wärmebehandlungen

Der Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Gradientengefüge wurde sowohl in Abhängigkeit von der Temperatur als auch von der Dauer der Wärmebehandlung untersucht. Der Einfluss der Temperatur wurde über den gesamten Gradienten betrachtet, wobei die Dauer der Wärmebehandlungen hierfür bei 1 h konstant gehalten wurde. Der Einfluss der Wärmebehandlungsdauer wurde an zwei Positionen im Gradienten ($100\text{ }\mu\text{m}$ und $300\text{ }\mu\text{m}$ unterhalb der Flanschoberseite) bei Temperaturen von 450°C bis 550°C untersucht.

Einfluss der Wärmebehandlungstemperatur

Die IPF Darstellungen der Gefüge in Abbildung 4.7 ermöglichen eine erste qualitative Bewertung des Einflusses verschiedener Wärmebehandlungstemperaturen auf das Gradientengefüge im Flansch von Spaltprofilen. Nach 1 h bei 550°C sind gegenüber

dem Ausgangszustand eine Vergrößerung der Körner bzw. Subkörner sowie eine deutliche Ausrundung der Korngrenzen erkennbar. Dennoch ähnelt die Morphologie des Gefüges dem Ausgangszustand. So bleibt trotz Zunahme der Korngröße ein sehr feinkörniges Gefüge erhalten, das insbesondere nahe der Flanschoberseite einen hohen Streckungsgrad aufweist.

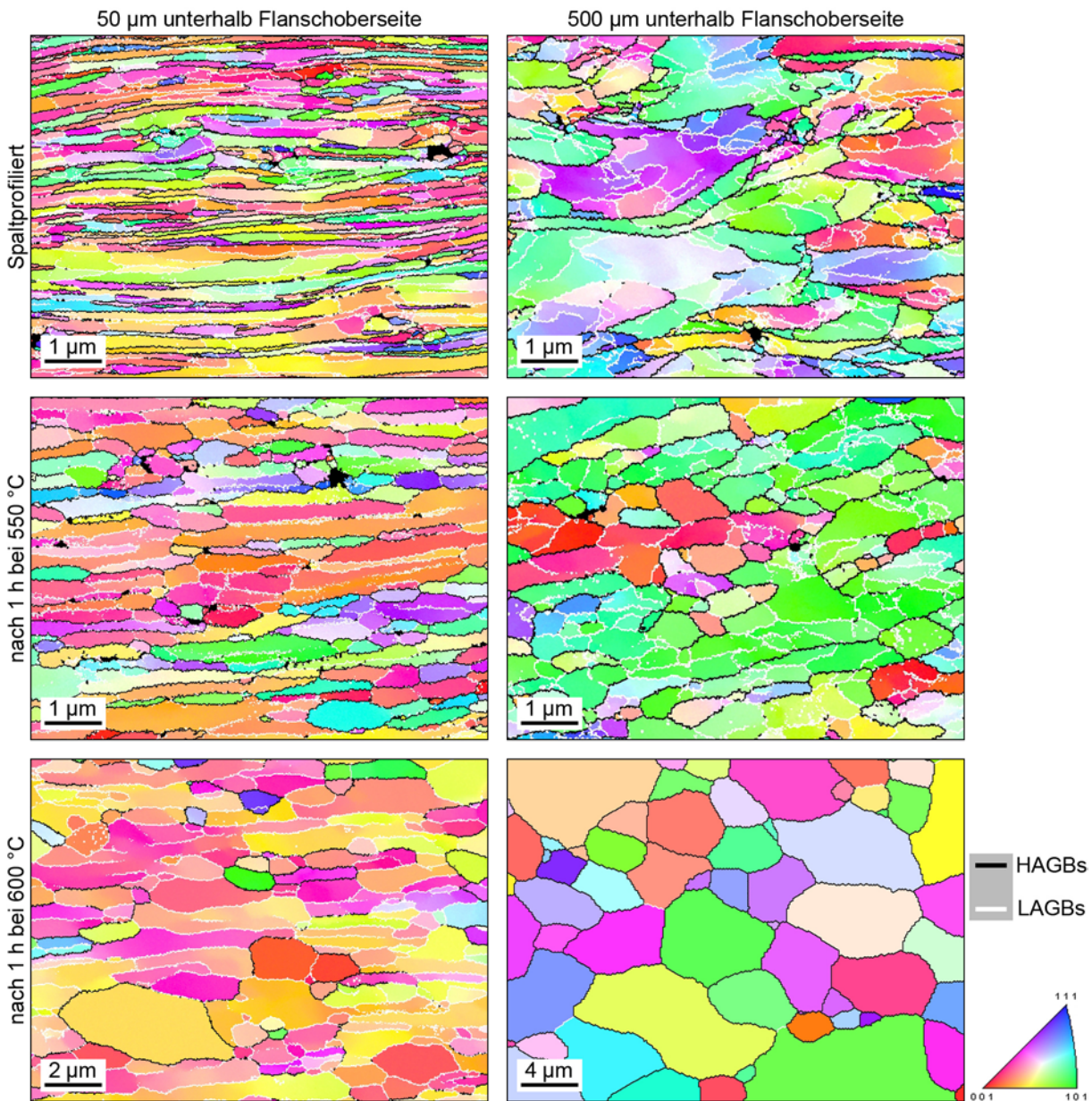


Abbildung 4.7: Einfluss der Wärmebehandlungstemperatur auf das Gefüge von Spaltprofilen aus ZStE500 im Abstand von 50 µm und 500 µm zur Flanschoberseite.

Nach 1 h bei 600 °C ist eine starke Kornvergrößerung zu verzeichnen, die in weiten Bereichen des Flansches zu einem homogenen Gefüge führt (Abbildung 4.8). So ist das in Abbildung 4.7 exemplarisch für 500 µm unterhalb der Flanschoberseite dargestellte Gefüge repräsentativ für den gesamten Bereich mit einem Abstand von > 200 µm zur Flanschoberseite. In diesem Bereich liegt ein globulares Gefüge mit einer mittleren Korngröße von ca. 4 µm und einem HAGB-Anteil von 95 % vor, was annähernd dem Erwartungswert einer statistischen Kornorientierungsverteilung nach MacKenzie

(97 %) entspricht. Unmittelbar an der Flanschoberseite ist ein grobkörniger Saum mit Korndurchmessern von bis zu $50\text{ }\mu\text{m}$ zu erkennen (Abbildung 4.8). Zwischen diesem Saum und dem homogenen Gefüge ab einem Abstand von ca. $200\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite liegt ein Bereich mit bimodaler Korngrößenverteilung vor. Dieser ist gekennzeichnet durch eine feinkörnige gestreckte Matrix in der vereinzelt größere globulare Körner vorliegen. Die IPF-Darstellung im Abstand von $50\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite in Abbildung 4.7 zeigt, dass die gestreckte Matrix größtenteils aus LAGBs besteht, wogegen die globularen Körner überwiegend HAGBs aufweisen.

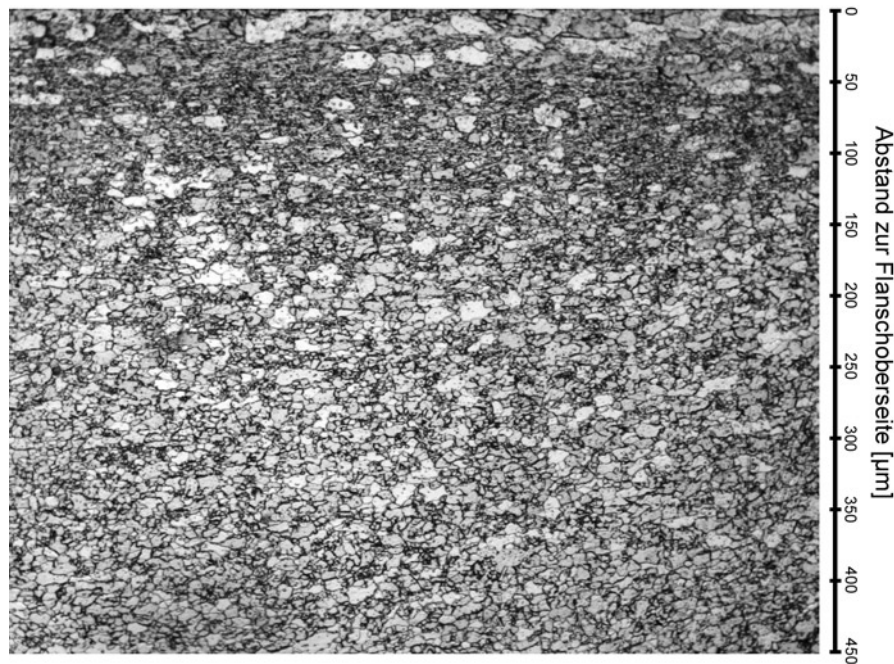


Abbildung 4.8: Gefüge im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 nach Wärmebehandlung für 1 h bei $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.

IPF Darstellungen veranschaulichen zwar qualitativ die Änderung des Gefüges, sind jedoch für eine Quantifizierung des Effekts von verschiedenen Wärmebehandlungen auf das Gefüge nicht geeignet. Hierfür ist eine direkte Betrachtung einzelner Parameter, wie z.B. der mittleren Korngröße, der Korngrenzdicke und des Aspektverhältnisses erforderlich. Im Folgenden werden dabei nur Temperaturen bis $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ berücksichtigt. Bei höheren Temperaturen ist eine Vergleichbarkeit einzelner Parameter nicht mehr gegeben. Dies ist auf die Entstehung bimodaler Verteilungen der Korngröße und des Aspektverhältnisses sowie auf eine Korrelation zwischen Fehlorientierung der Korngrenzen, Korngröße und Aspektverhältnis zurückzuführen.

Die Auftragung der Korngröße über den Abstand zur Flanschoberseite zeigt eine Zunahme der Korngröße infolge von Wärmebehandlungen bei Temperaturen ab $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Abbildung 4.9). Dieser Effekt ist zu höheren Temperaturen stärker ausgeprägt, wobei die ermittelten Korngrößen im dargestellten Temperaturintervall $1\text{ }\mu\text{m}$ nicht übersteigen. Der Einfluss von Wärmebehandlungen bei Temperaturen unterhalb $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ wurde stichprobenartig untersucht, wobei sich keine signifikante Änderung der Korngröße oder anderer Gefügeparameter zeigte.

Der Verlauf des Korngrößengradienten, d.h. steigende Korngröße mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite, bleibt bei Wärmebehandlungen bis 500 °C annähernd erhalten. Demgegenüber ist nach 1 h bei 550 °C zunächst eine Abnahme der Korngröße zwischen 50 μm und 100 μm unterhalb der Flanschoberseite zu verzeichnen. Im weiteren Verlauf Richtung Flanschunterseite steigt die Korngröße kontinuierlich an und entspricht folglich wieder dem charakteristischen Gradienten des Ausgangszustands.

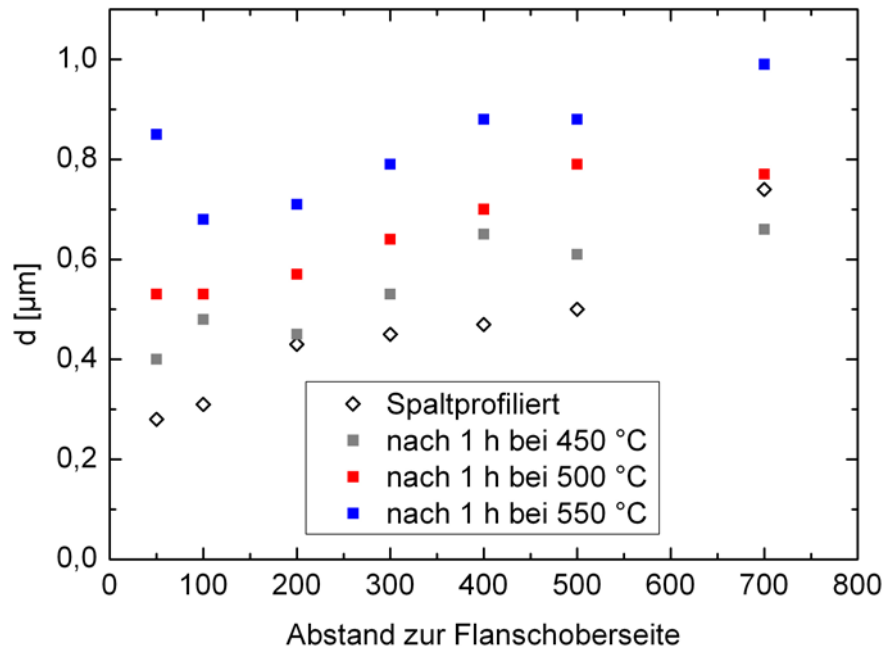


Abbildung 4.9: Kornvergrößerung über den Gefügegradienten im Flansch infolge verschiedener Wärmebehandlungstemperaturen.

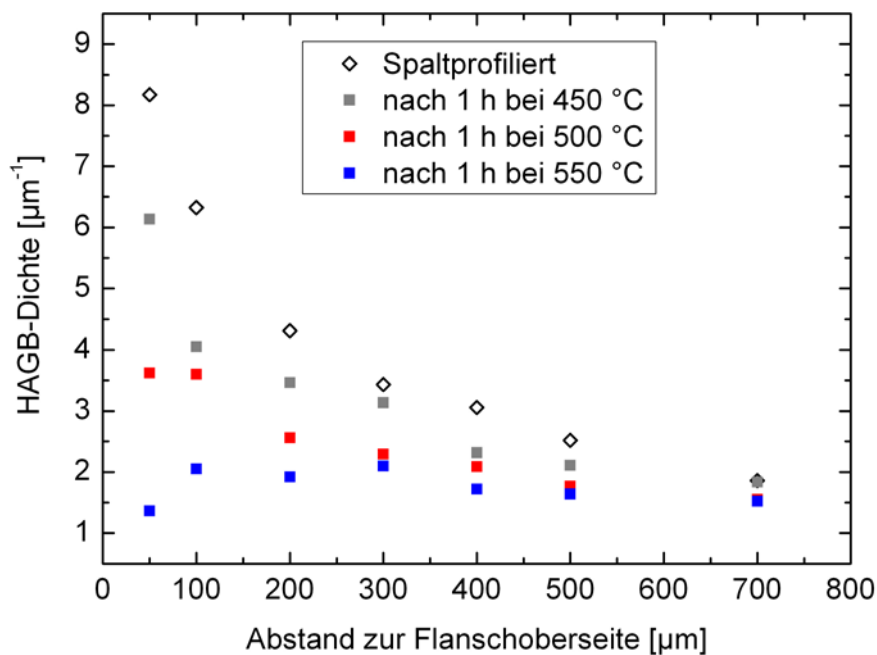


Abbildung 4.10: Einfluss der Wärmebehandlungstemperatur auf die Korngrenzdicke von HAGBs im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500.

Die Zunahme der Korngröße infolge der Wärmebehandlungen geht mit einer Abnahme der HAGB-Dichte einher (Abbildung 4.10). Eine entsprechende Auftragung der gesamten Korngrenzichte zeigt einen ähnlichen Verlauf (siehe Anhang Abbildung A.4), was darauf zurückzuführen ist, dass sich die Korngrenzichte der LAGBs nur geringfügig ändert. Mit steigender Temperatur der Wärmebehandlung flacht der Gradient in der HAGB-Dichte zunehmend ab und geht bei 550 °C in einen Plateauwert von $\sim 1,8 \mu\text{m}^{-1}$ über.

Eine Betrachtung der Fehlorientierung von Korngrenzen nahe der Flanschoberseite in Abhängigkeit von der Temperatur zeigt eine deutliche Abnahme der HAGB-Dichte mit zunehmender Temperatur (Abbildung 4.11). Dagegen ist im Bereich der LAGBs nur eine geringfügige Abnahme der Korngrenzichte zu verzeichnen. Infolgedessen verschiebt sich mit zunehmender Temperatur der Wärmebehandlung das Verhältnis von HAGBs zu LAGBs.

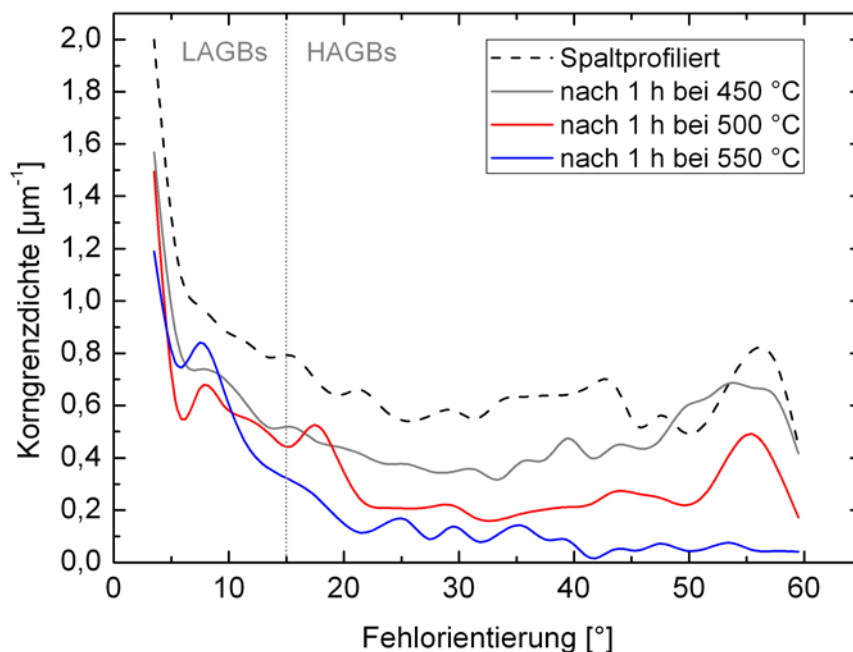


Abbildung 4.11: Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Korngrenzichte und Fehlorientierungsverteilung im Abstand von 50 μm zur Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500 (Intervallbreite der Fehlorientierung = 2 °).

Abbildung 4.12 zeigt, dass Wärmbehandlungen tendenziell zu einer Abnahme im Aspektverhältnis führen. Der steile Gradient im spaltprofilierten Ausgangszustand flacht bei Wärmebehandlungen zunehmend ab, wobei die größten Änderungen im Bereich der Flanschoberseite zu verzeichnen sind. Ein Gradient im Aspektverhältnis mit abnehmender Kornstreckung in Richtung der Flanschunterseite bleibt bis 500 °C bestehen. Nach Wärmbehandlung bei 550 °C geht dieser Gradient ab einem Abstand von 200 μm zur Flanschoberseite in ein Plateau mit einem konstanten Aspektverhältnis von $\sim 3,5$ über.

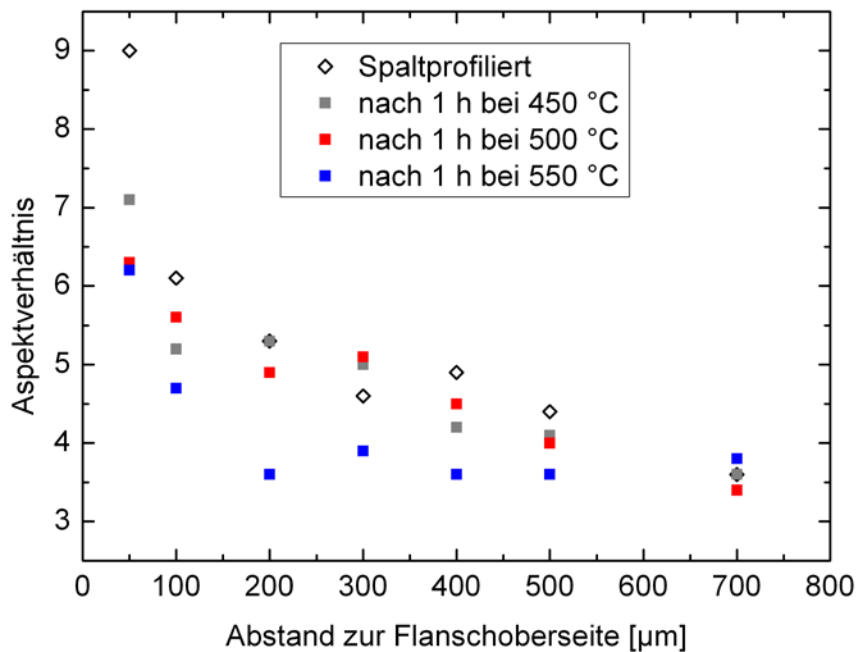


Abbildung 4.12: Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Aspektverhältnis im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500.

Einfluss der Wärmebehandlungsdauer

Die isothermen Kornwachstumsraten wurden im Bereich von 100 μm und 300 μm unterhalb der Flanschoberseite für Temperaturen von 450 °C und 550 °C untersucht. Hierbei wurden Wärmebehandlungen mit Haltezeiten von 2 min bis 600 min bei einer zusätzlichen Aufheizzeit von 3 min durchgeführt.

Im Abstand von 100 μm zur Flanschoberseite zeigt sich bei doppeltlogarithmischer Auftragung der Korngröße über der Wärmebehandlungsdauer ein linearer Anstieg mit Kornwachstumsexponenten von $N = 0,03$ bei 450 °C und $N = 0,14$ bei 550 °C (Abbildung 4.13). Bei Betrachtung der mittleren Pancake Dicke ergeben sich geringfügig höhere Wachstumsexponenten von $N = 0,06$ bei 450 °C und $N = 0,18$ bei 550 °C. Die einzelnen EBSD Messungen zeigen im untersuchten Zeitintervall bei beiden Temperaturen keine Anzeichen für ausgeprägtes diskontinuierliches Kornwachstum. So bleibt die Korngrößenverteilung selbstähnlich und die Morphologie des Gefüges ändert sich nur geringfügig. Nach 600 min bei 550 °C sind zwar vermehrt globulare, von HAGBs abgegrenzte Körner erkennbar, deren mittlere Größe sich jedoch nicht von der stärker gestreckten Matrix unterscheidet (siehe Abbildung 4.15).

Im Abstand von 300 μm zur Flanschoberseite, d.h. im Übergangsbereich zwischen Pancake UFG und konventionell kaltverfestigtem Gefüge, zeigen sich vergleichbare Kornwachstumsexponenten wie im Abstand von 100 μm (Abbildung 4.14). Bei 450 °C sind die Wachstumsexponenten ($N = 0,03$) identisch, bei 550 °C ist der Exponent ($N = 0,17$) geringfügig höher als 100 μm unterhalb der Flanschoberseite. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass nach 10 h bei 550 °C diskontinuierliches Kornwachstum zu beobachten ist (Abbildung 4.15 rechts). Bei Nichtberücksichtigung dieses Datenpunkts sinkt der Kornwachstumsexponent bei 550 °C auf $N = 0,14$ und entspricht damit dem im

Abstand von 100 μm zur Flanschoberseite ermittelten Wert. Die Wachstumsexponenten der mittleren Pancake Dicke sind geringfügig höher als die der mittleren Korngröße, was der Tendenz im Abstand von 100 μm zur Flanschoberseite entspricht. Ein direkter Vergleich der Wachstumsexponenten der Pancake Dicke zeigt, analog zu denen der mittleren Korngröße, an den beiden untersuchten Positionen im Gradienten nahezu identische Werte.

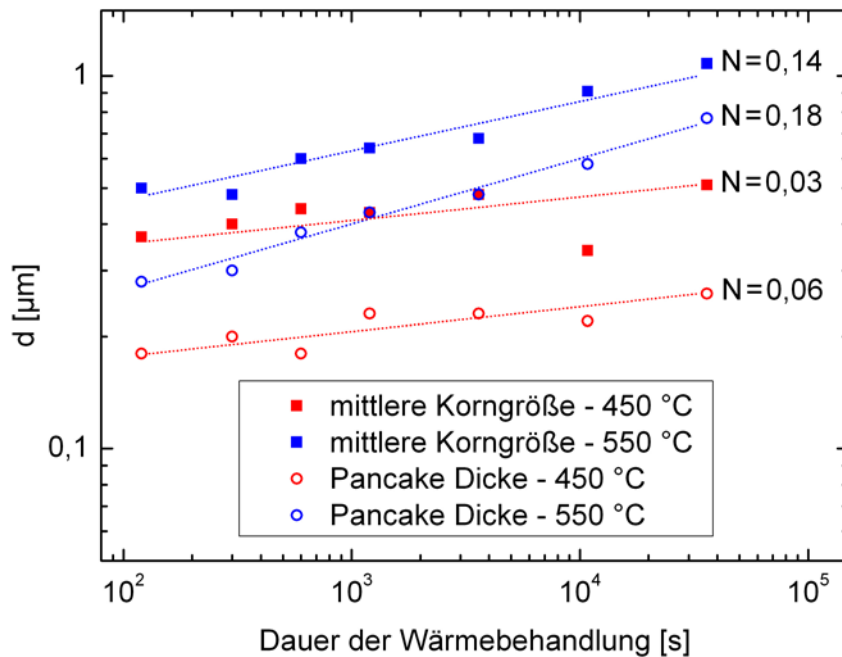


Abbildung 4.13: Korngröße und Pancake Dicke in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungsdauer in Spaltprofilen aus ZStE500 im Abstand von 100 μm unter der Flanschoberseite.

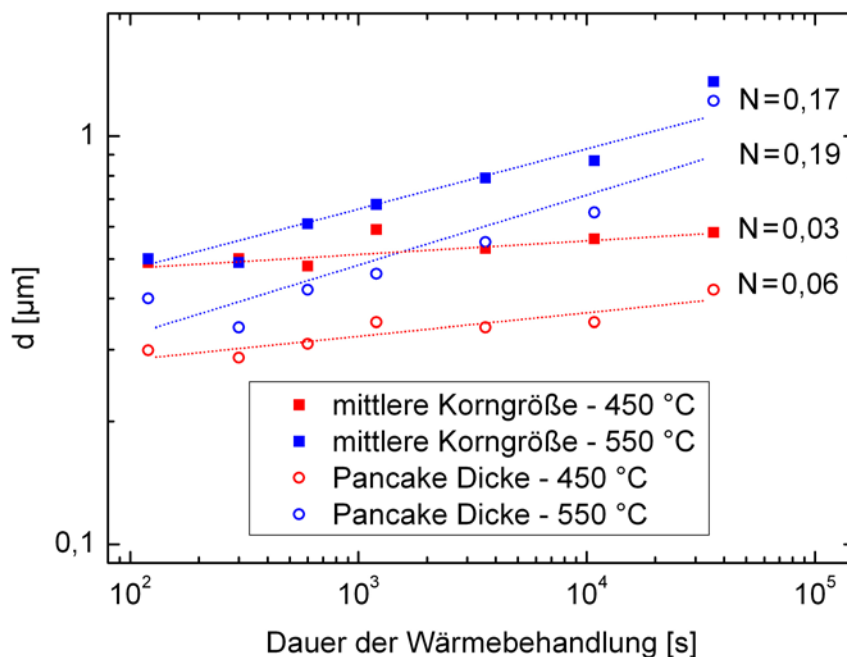


Abbildung 4.14: Korngröße und Pancake Dicke in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungsdauer in Spaltprofilen aus ZStE500 im Abstand von 300 μm unterhalb der Flanschoberseite.

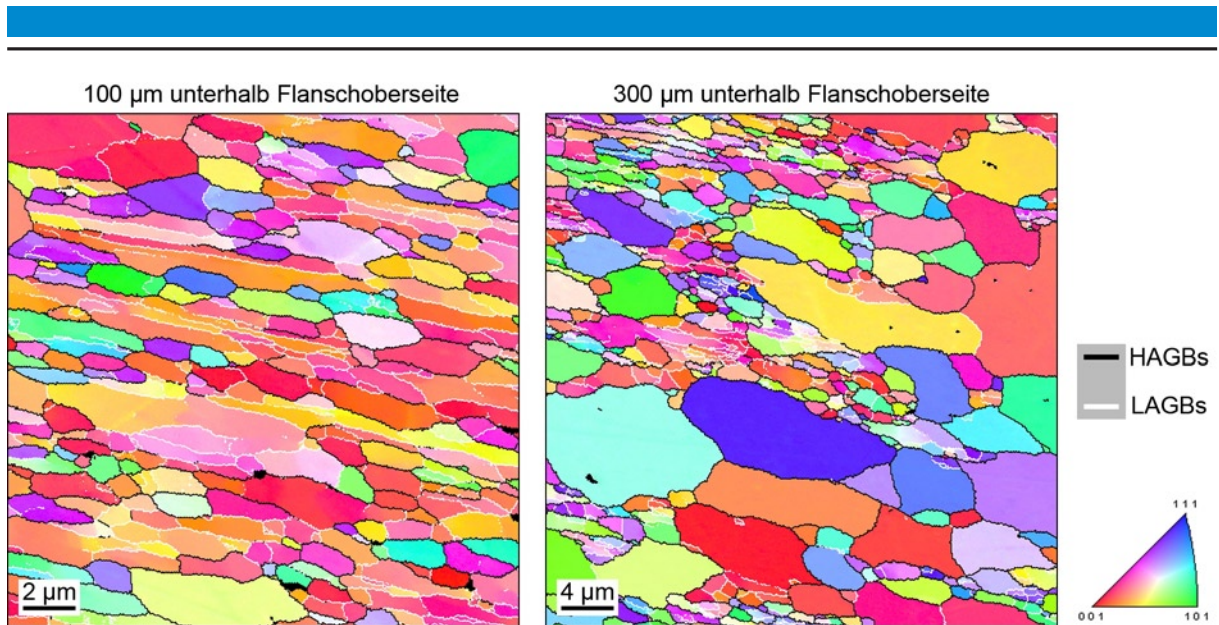


Abbildung 4.15: Gefüge in Spaltprofilen aus ZStE500 im Abstand von 100 µm (links) und 300 µm (rechts) zur Flanschoberseite nach 10 h Wärmebehandlung bei 550 °C.

Die Wachstumsexponenten bei einer Temperatur von 500 °C wurden anhand von drei Wärmebehandlungen mit Haltezeiten von 2 min, 60 min und 600 min abgeschätzt und sind zusammen mit den Daten für 450 °C und 550 °C in Tabelle 4.1 dargestellt. Es zeigt sich, dass die Wachstumsexponenten bei 500 °C erwartungsgemäß zwischen den bei 450 °C und 550 °C ermittelten Werten liegen.

Mithilfe der Kornwachstumsexponenten kann die Aktivierungsenergie für Kornwachstum im Bereich des UFG Gefüges anhand von Gleichung 2.18 abgeschätzt werden:

$$d^{1/N} - d_0^{1/N} = K_0 t^n \exp\left(-\frac{Q_{kw}}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 2.18}$$

Somit ergibt sich die Aktivierungsenergie bei logarithmischer Auftragung von $d^{1/N} - d_0^{1/N}$ über $1/T$ aus der Steigung des Graphen. Unter Verwendung der Korngrößen d nach Wärmebehandlungen für 1 h bei Temperaturen von 450 °C bis 550 °C und der jeweiligen Ausgangswerte d_0 ergibt sich für einen mittleren Kornwachstumsexponenten von $N = 0,1$ der in Abbildung 4.16 dargestellte Verlauf. Die aus den Steigungen ermittelten Aktivierungsenergien von 170 kJ/mol bzw. 200 kJ/mol sind in Anbetracht von nur drei Stützstellen als vergleichbar anzusehen. Die Werte liegen im Bereich des Literaturwerts für Korngrenzdifusion von Fe in α -Fe (164 kJ/mol) und deutlich unterhalb der Aktivierungsenergie für Volumendiffusion von Fe in α -Fe (280 kJ/mol) [ASK70].

Tabelle 4.1: Kornwachstumsexponenten im Abstand von 100 µm und 300 µm zur Flanschoberseite für Wärmebehandlungen von 2 bis 600 min.

Temperatur	Korngröße (100 µm)	Pancake Dicke (100 µm)	Korngröße (300 µm)	Pancake Dicke (300 µm)
450 °C	0,03	0,06	0,03	0,06
500 °C	0,11	0,13	0,09	0,11
550 °C	0,14	0,18	0,17	0,19

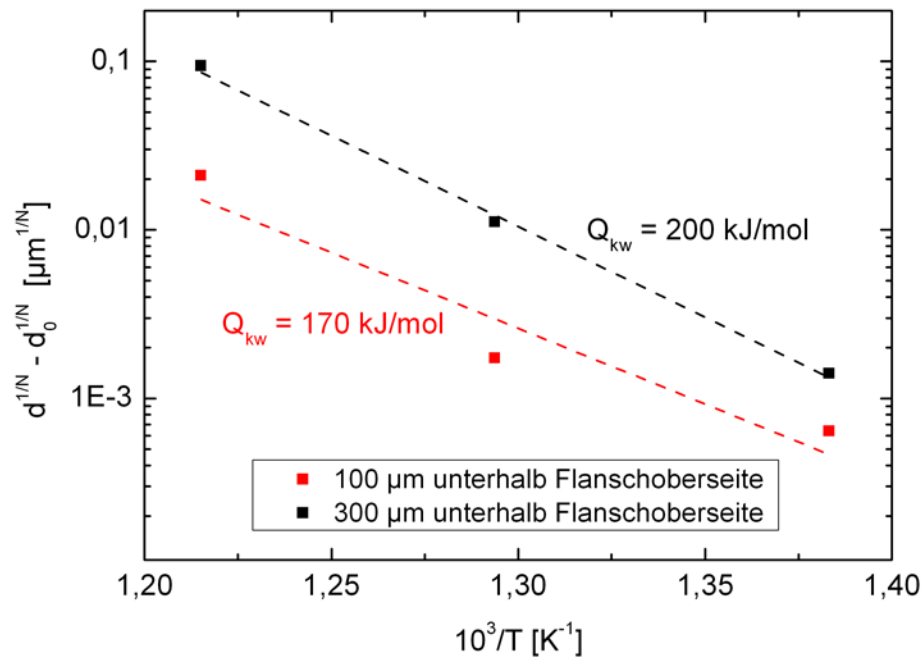


Abbildung 4.16: Abschätzung der Aktivierungsenergie für Kornwachstum im UFG Gradientengefüge von Spaltprofilen aus ZStE500.

Gefüge nach zyklischer mechanischer Belastung

Der Einfluss von zyklischer mechanischer Beanspruchung auf das Gradientengefüge in Spaltprofilen wurde an einer 3-Punkt-Biege-Probe untersucht, die nach ca. $5 \cdot 10^5$ Lastwechseln versagte. Die Ermüdungsprobe wurde im Längsschliff untersucht, wobei Messungen am Risspfad und Referenzmessungen am Probenrand durchgeführt wurden. Ein Vergleich der Messungen zeigt, dass die zyklische mechanische Belastung zu keinen mittels EBSD erfassbaren Änderungen im Gefüge führt, was in Abbildung 4.17 exemplarisch für den Bereich 100 μm unterhalb der Flanschoberseite dargestellt ist.

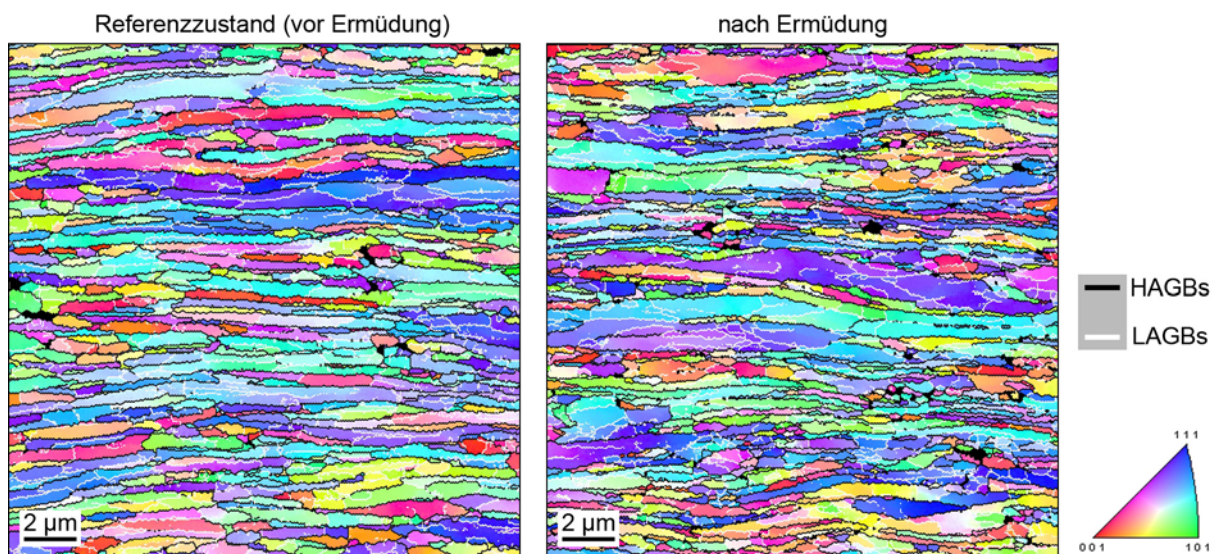


Abbildung 4.17: IPF-Darstellung des Gefüges 100 μm unterhalb der Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500 vor und nach zyklischer mechanischer Belastung. Die Belastungsrichtung (maximale Spannungsamplitude) entspricht der Horizontalen.

4.1.3 Gefüge in Spaltbiegeprofilen aus DD11

Gefüge im Ausgangszustand

Die EBSD Messungen im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen zeigen einen ähnlichen Gefügegradienten wie im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500, d.h. ein Pancake UFG Gefüge nahe der Oberseite, das mit zunehmendem Abstand in ein konventionell kaltverfestigtes Gefüge übergeht (Abbildungen 4.18 und 4.19).

Die mittlere Korngröße steigt, ausgehend von ca. 250 nm nahe der Stegobenseite, in Richtung der Stegunterseite an, bleibt jedoch im dargestellten Bereich unterhalb von 1 μm . Analog zu Spaltprofilen liegt auch in Spaltbiegeprofilen über dem gesamten Gefügegradienten eine ausgeprägte Streckung der Körner parallel zur Stegobenseite vor. Das Aspektverhältnis nimmt mit zunehmendem Abstand zur Stegobenseite ab, wobei die in Spaltprofilen aus ZStE500 gemessenen Maximalwerte (~ 9) in Spaltbiegeprofilen aus DD11 nicht erreicht werden.

Die Pancake Dicke, bzw. der mittlere Korngrenzabstand senkrecht zur Stegobenseite, zeigt einen ähnlichen Verlauf wie die mittlere Korngröße, wobei sich die Trends beider Werte überschneiden. Die Pancake Dicke ist im Bereich der Stegunterseite größer als die mittlere Korngröße, was in Anbetracht des Streckungsgrades parallel zur Oberseite ein scheinbarer Widerspruch ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Pancake Dicke mittels Linienschnittverfahren ermittelt wird, woraus sich eine zur Kornfläche proportionale Gewichtung ergibt. Demgegenüber ist die mittlere Korngröße nicht über die Kornfläche gewichtet, wobei die Vielzahl an kleinen Körnern insbesondere nahe der schwarzen (nichtindizierten) Bereiche (siehe Abbildung 4.19) zu niedrigeren Mittelwerten führen.

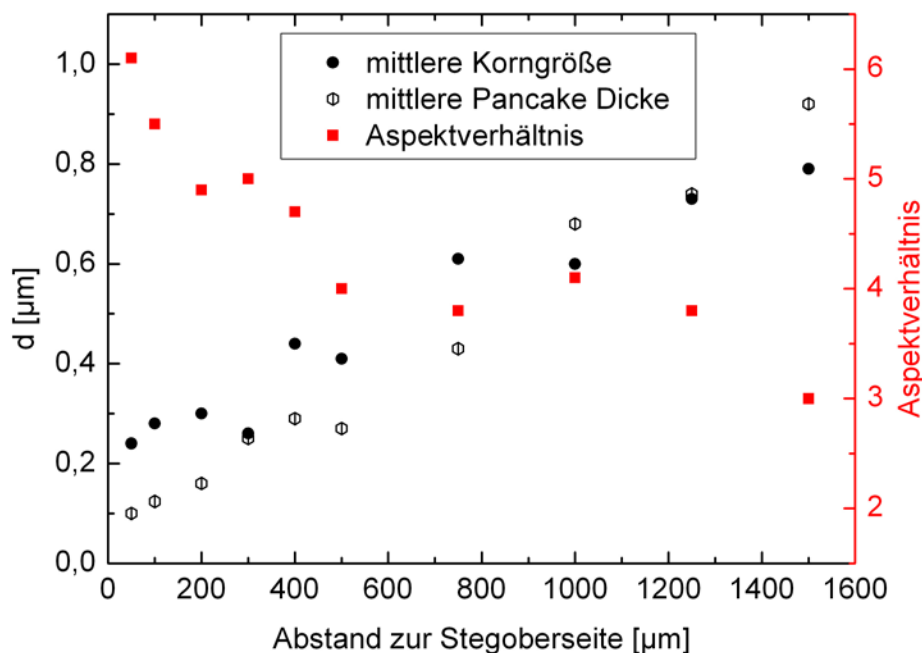


Abbildung 4.18: Korndimensionen und Aspektverhältnis im Gefügegradienten senkrecht zur Stegobenseite von Spaltbiegeprofilen aus DD11.

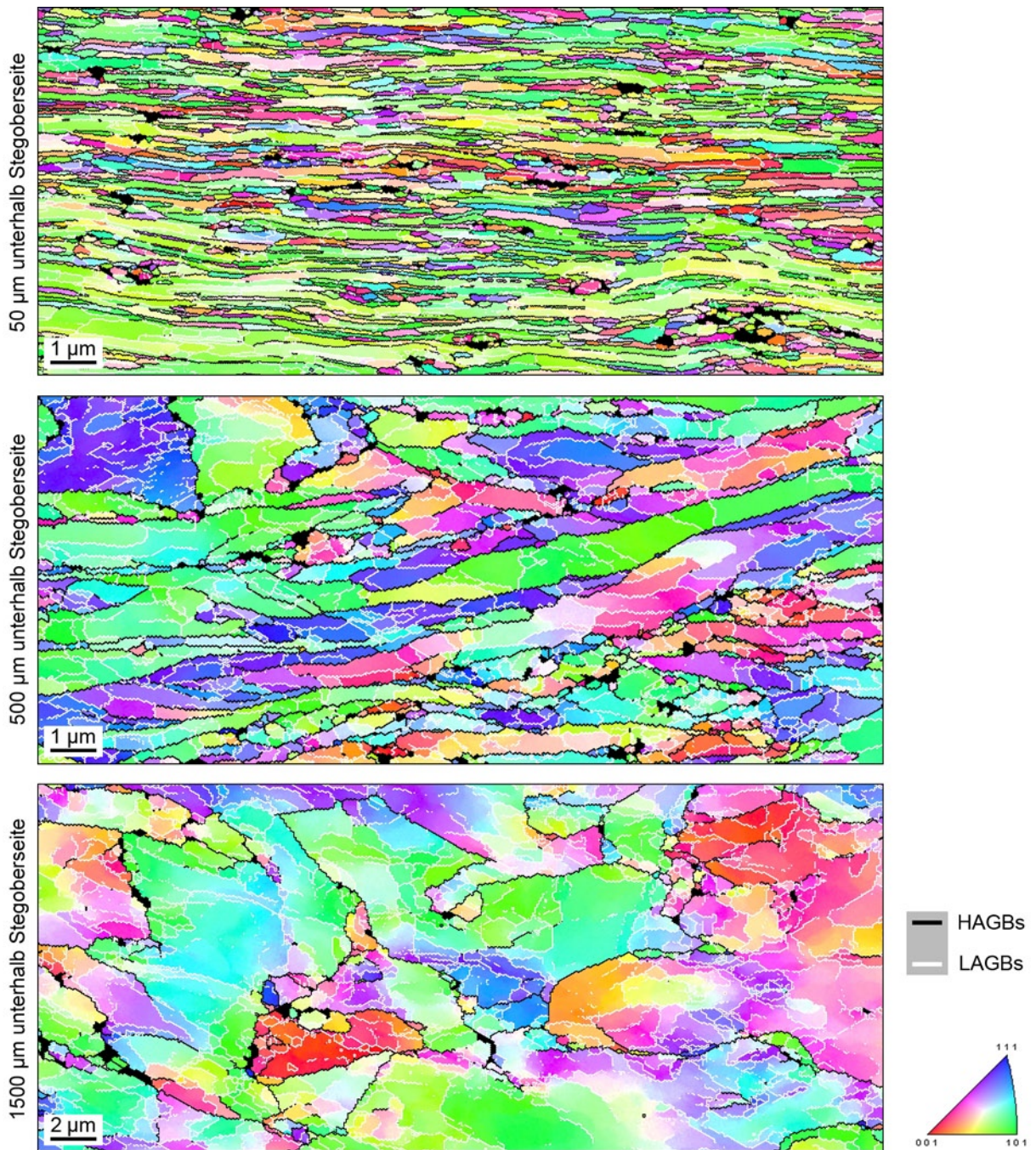


Abbildung 4.19: IPF-Darstellung des Gefügegradienten senkrecht zur Flanschoberseite im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11.

Die Korngrenzichte von HAGBs und LAGBs zeigt einen ähnlichen Verlauf wie in Spaltprofilen aus ZStE500 (Abbildung 4.20). So ist die LAGB-Dichte über den Gefügegradienten relativ konstant, wogegen die HAGB-Dichte in Richtung der Stegunterseite kontinuierlich abnimmt. Der Schnittpunkt zwischen HAGB- und LAGB-Dichte liegt zwischen 200 μm und 300 μm unterhalb der Stegoberseite, womit die Breite des UFG Bereichs der Definition nach ($> 50\%$ HAGBs) etwas geringer ist als in Spaltprofilen aus ZStE500.

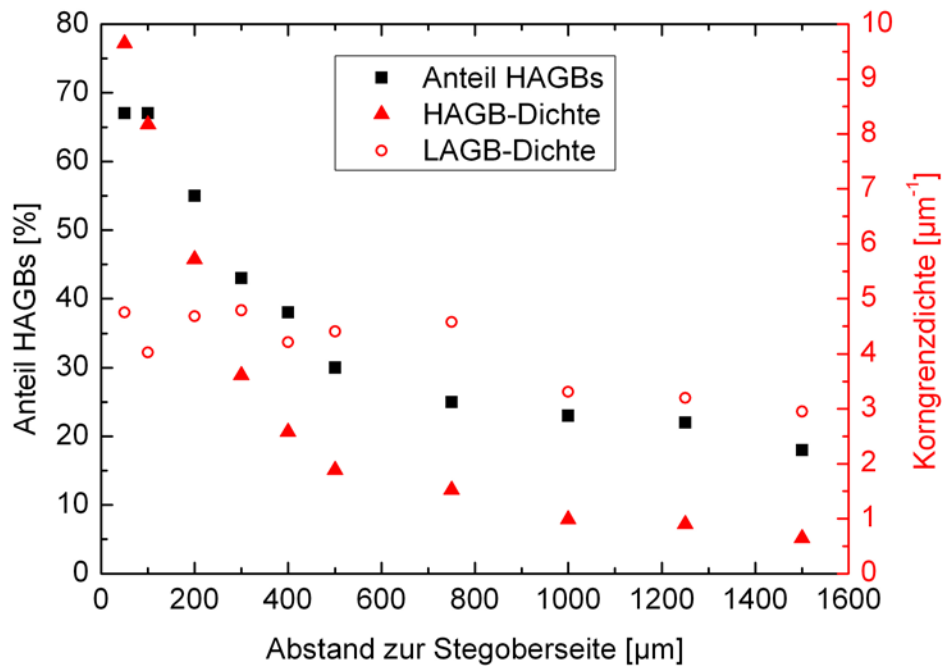


Abbildung 4.20: Anteil an HAGBs und Korngrenzdicke von LAGBs und HAGBs im Gefügegradienten senkrecht zur Stegobenseite von Spaltbiegeprofilen aus DD11.

Da eine zuverlässige Indizierung von Fe_3C mittels EBSD nicht möglich ist (siehe Abschnitt 3.4.2), wurden zur Bestimmung der Größe und Verteilung des Fe_3C geätzte Schliffe im REM untersucht. Abbildung 4.21 zeigt, dass die lamellare Struktur des Perlits im gedünnten Steg in Richtung der Kontaktfläche der Spaltwalze, d.h. in Richtung zunehmender Dehnung, verschwindet. So sind im Abstand von 1500 μm zur Stegobenseite noch parallel angeordnete Zementit-Lamellen erkennbar, wogegen der Zementit im Abstand von 100 μm zeilig im Pancake Gefüge vorliegt.

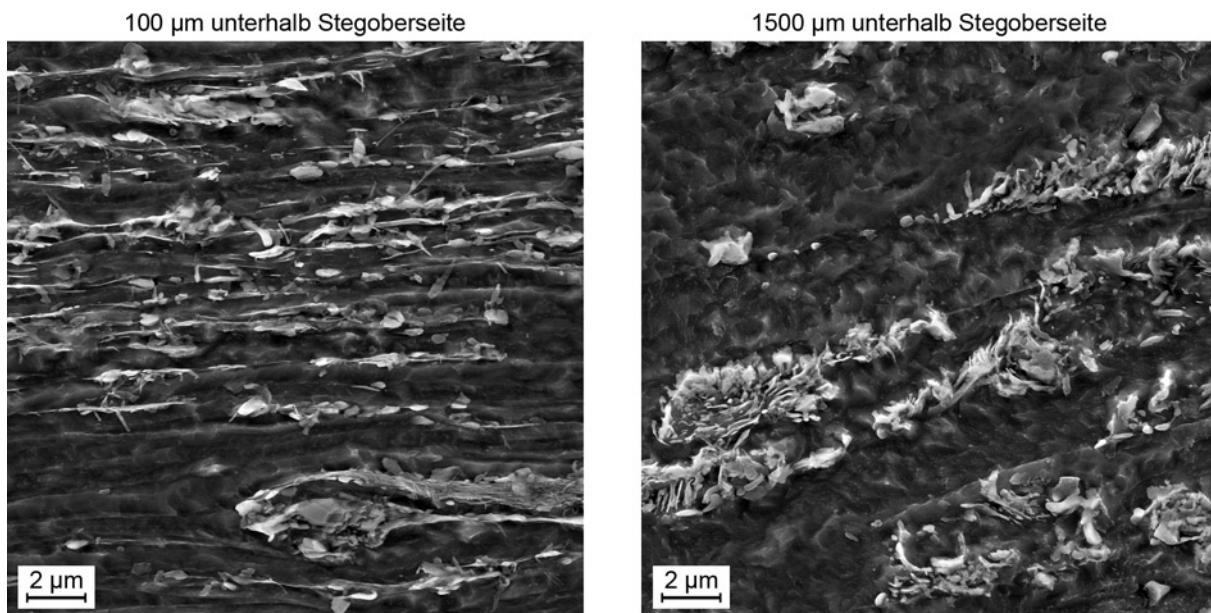


Abbildung 4.21: Geätzter Schliff eines Spaltbiegeprofils aus DD11 im Bereich des gedünnten Stegs.

Gefüge nach Wärmebehandlungen

Der Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Gradientengefüge in Spaltbiegeprofilen aus DD11 wurde für Temperaturen von 500 °C und 600 °C untersucht. Der Einfluss der Temperatur wurde über den gesamten Gradienten betrachtet, wobei die Dauer der Wärmebehandlungen hierfür bei 1 h konstant gehalten wurde.

Nach 1 h bei 500 °C ist eine Zunahme der Korngröße und Pancake Dicke zu verzeichnen, die nahe der Stegoberseite mit einer Verdoppelung beider Kennwerte am stärksten ausgeprägt ist (Abbildungen 4.22 und 4.23). Ab einem Abstand von ca. 500 μm zur Stegoberseite unterscheiden sich die Korngröße und die Pancake Dicke des wärmebehandelten Zustands nicht vom Ausgangszustand. Das Aspektverhältnis ändert sich ebenfalls nur lokal in einem ca. 500 μm breiten Bereich an der Stegoberseite, in dem eine Abnahme der Kornstreckung zu verzeichnen ist. Die Zunahme der Korngröße nahe der Stegoberseite (Abbildung 4.22) geht mit einer Abnahme der Korngrenzfläche einher, wobei die HAGB Dichte stärker abnimmt als die LAGB Dichte, was zwangsläufig zu einer Abnahme des HAGB Anteils führt (Abbildung 4.24).

Wärmebehandlungen bei 600 °C führen zu starkem diskontinuierlichem Kornwachstum ausgehend von der Stegoberseite bis zu einer Tiefe von ca. 600 μm mit Korngrößen von z.T. $> 100 \mu\text{m}$. Im Bereich 50 μm bis 200 μm unterhalb der Stegoberseite hat nur partiell diskontinuierliches Kornwachstum stattgefunden, so dass ein bimodales Gefüge vorliegt (Abbildung 4.25 links). Ab einem Abstand von ca. 600 μm zur Stegoberseite sinken sowohl der Anteil als auch die Größe der diskontinuierlich vergrößerten Körner stetig, bis diese ca. 1 mm unterhalb der Stegoberseite fast vollständig verschwinden. Im weiteren Verlauf Richtung Stegunterseite sind nur noch vereinzelte Körner ohne Substrukturen zu finden, die deutlich größer sind als die mittlere Korngröße der Matrix (Abbildung 4.25 rechts).

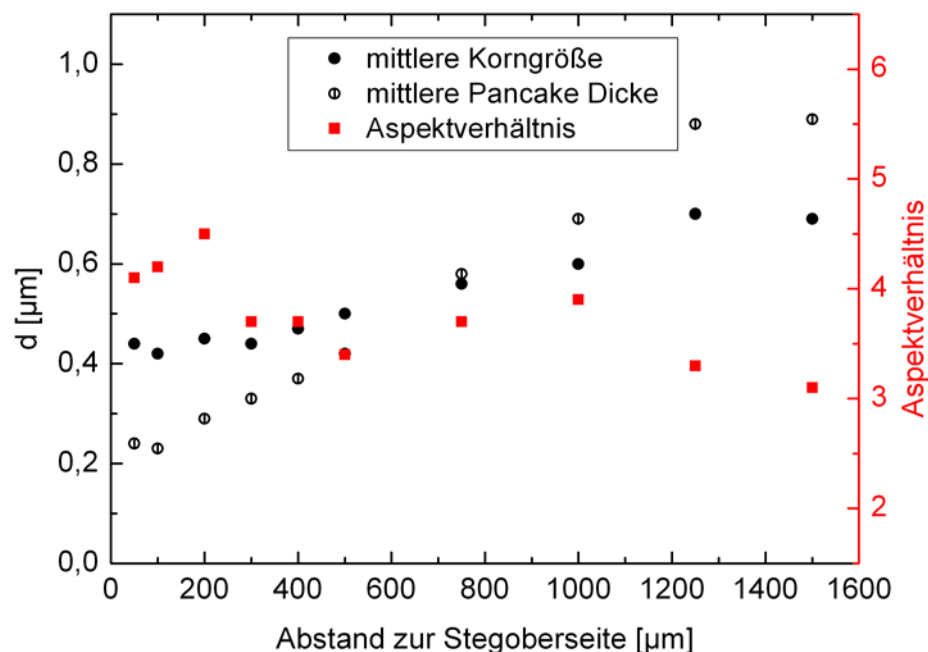


Abbildung 4.22: Kornabmessungen und Aspektverhältnis im Gefügegradienten senkrecht zur Stegoberseite von Spaltbiegeprofilen aus DD11 nach Wärmebehandlung für 1 h bei 500 °C.

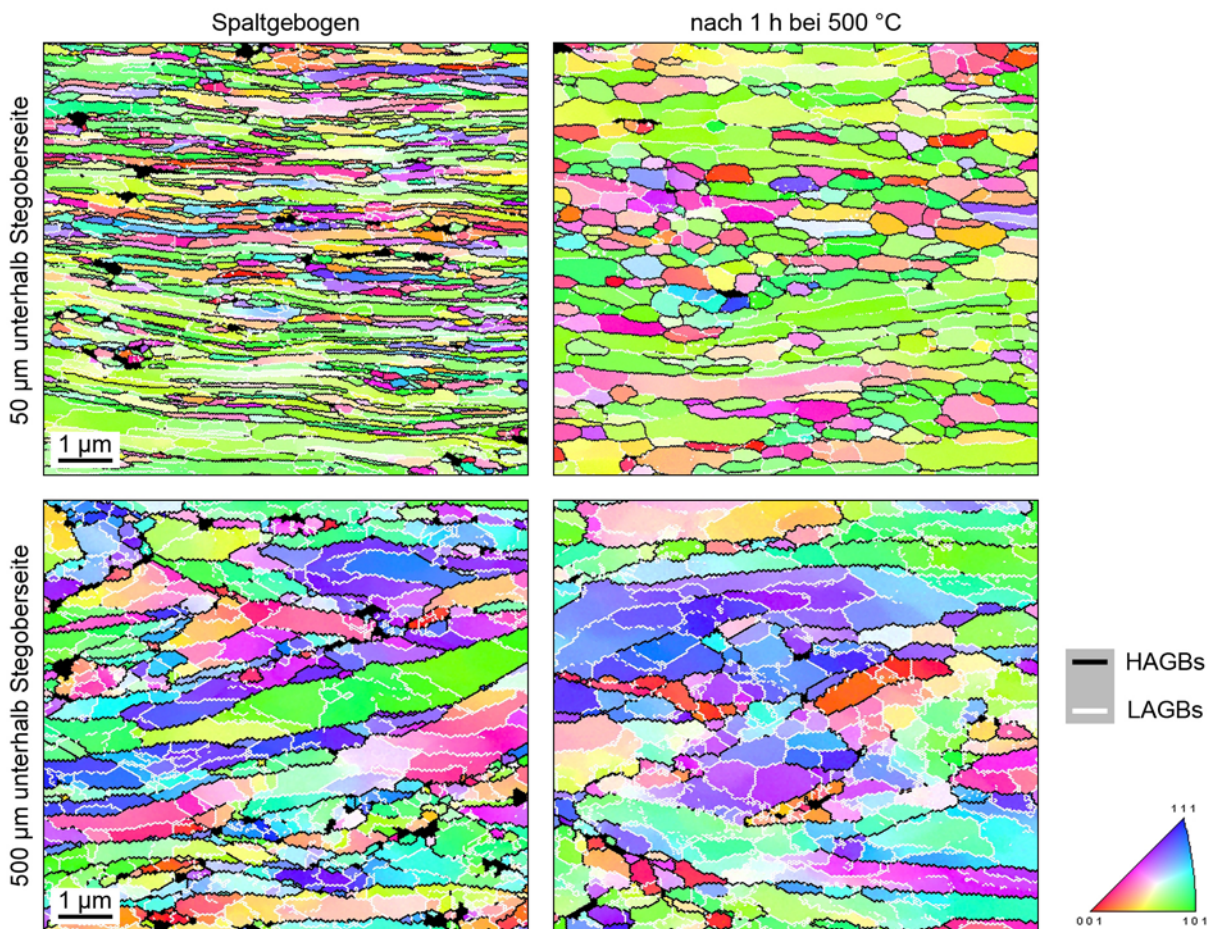


Abbildung 4.23: IPF-Darstellung des Gefüges von Spaltbiegeprofilen aus DD11 im Abstand von 50 µm und 500 µm zur Stegoberseite vor und nach Wärmebehandlung bei 500 °C.

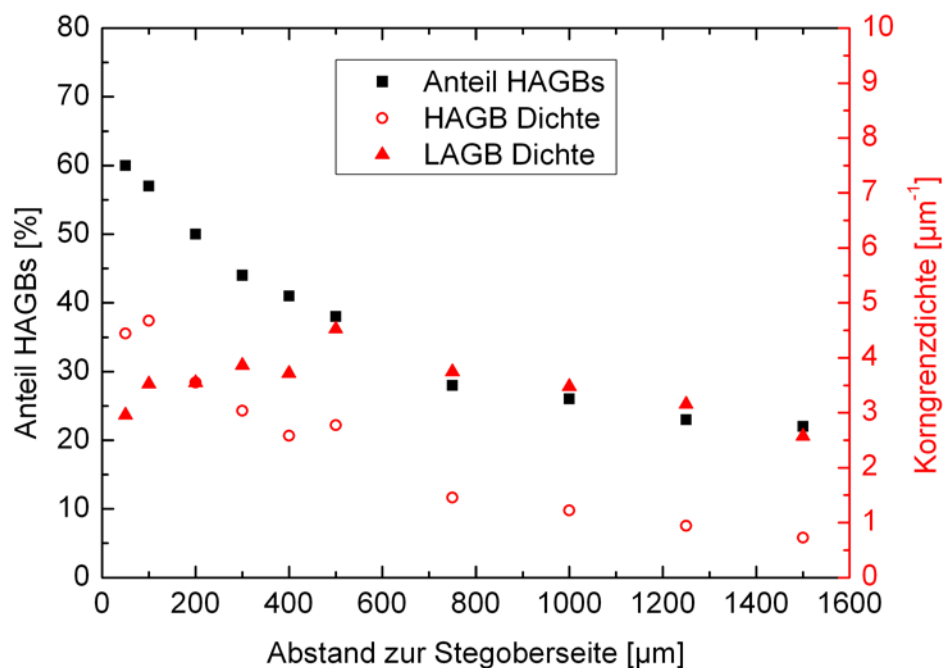


Abbildung 4.24: Anteil an HAGBs und Korngrenzichte von LAGBs und HAGBs im Gefügegradienten senkrecht zur Stegoberseite von Spaltbiegeprofilen aus DD11 nach Wärmebehandlung für 1 h bei 500 °C.

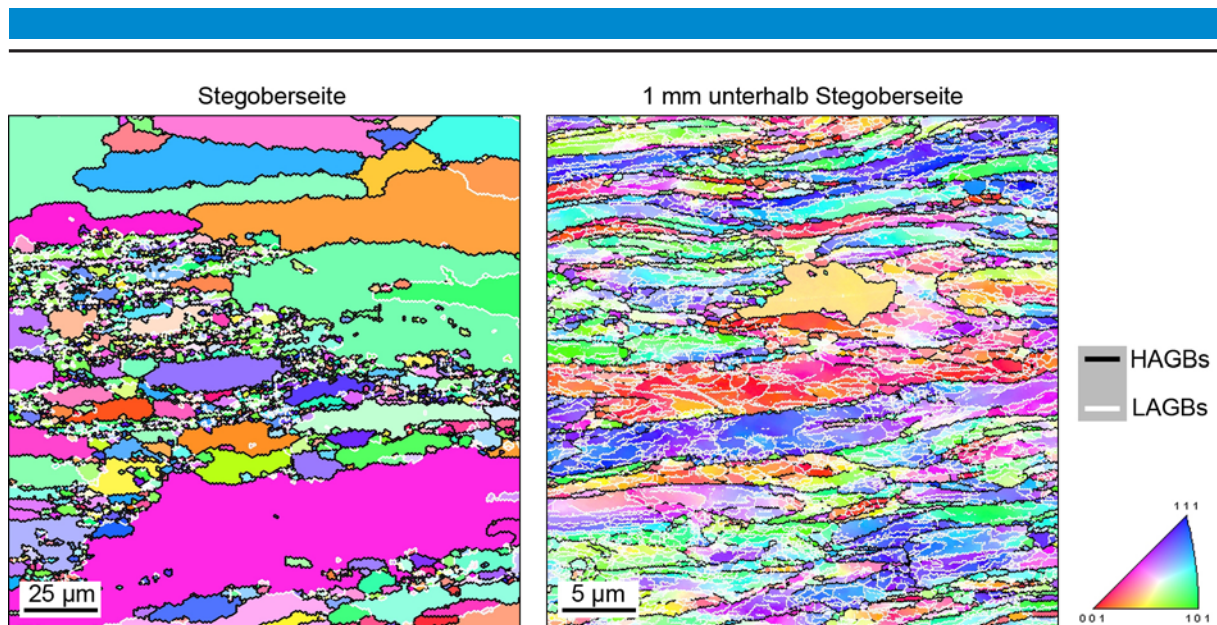


Abbildung 4.25: IPF-Darstellung des Gefüges im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11 nach Wärmebehandlung für 1 h bei 600 °C.

Gefüge nach zyklischer mechanischer Belastung

Der Einfluss von zyklischer mechanischer Beanspruchung auf das Gradientengefüge in Spaltbiegeprofilen wurde an einer 3-Punkt-Biege-Probe untersucht, die nach ca. $2 \cdot 10^5$ Lastwechseln einen Ermüdungsanriss mit einer Länge von $400 \mu\text{m}$ (senkrecht zur Stegoberseite) zeigte. EBSD Messungen $100 \mu\text{m}$ unterhalb der Stegoberseite zeigen keine Änderung des Gefüges infolge der Ermüdungsbeanspruchung (Abbildung 4.26). Der einzige Unterschied gegenüber der Referenzmessung ist ein höherer Anteil schwarzer (nichtindizierter) Bereiche nahe des Risspfads. Diese sind z.T. auf Sekundärrisse zurückzuführen, aber auch auf die generell schlechtere Patternqualität von Messungen in Kantennähe (Präparationseffekt). Im Bereich der Risspitze $400 \mu\text{m}$ unterhalb der Stegoberseite ist gegenüber der Referenzmessung eine geordnetere LAGB-Struktur und eine geringere Streckung der HAGBs zu erkennen. Dieser Effekt, der als Sphäroidisierung bezeichnet wird, ist charakteristisch für Erholungsprozesse infolge von Wärmebehandlungen oder zyklischer mechanischer Beanspruchung.

Der Einfluss von Ermüdungsbeanspruchungen auf das Gefüge von wärmebehandelten 3-Punkt-Biege-Proben (1 h bei 500 °C) wurde ebenfalls mittels EBSD untersucht. Hierfür wurde eine Probe verwendet, die nach ca. $2 \cdot 10^5$ Lastwechseln versagte, d.h. das Abbruchkriterium erfüllte. Der Ermüdungsriss wies eine Länge von ca. 1 mm (senkrecht zur Stegoberseite) auf. Die große Rissöffnung der Probe führte zu einer präparationsbedingt starken Abrundung der Bruchkante, wodurch EBSD Messungen erst ab einem Abstand von $> 3 \mu\text{m}$ zum Risspfad zuverlässige Ergebnisse lieferten. Ein Vergleich des Gefüges im wärmebehandelten Referenzzustand mit dem Gefüge nahe des Ermüdungsrisses zeigt keine Änderungen infolge der zyklischen mechanischen Belastung (Abbildung 4.27). Dies gilt gleichermaßen für die beiden untersuchten Positionen im Gefügegradienten.

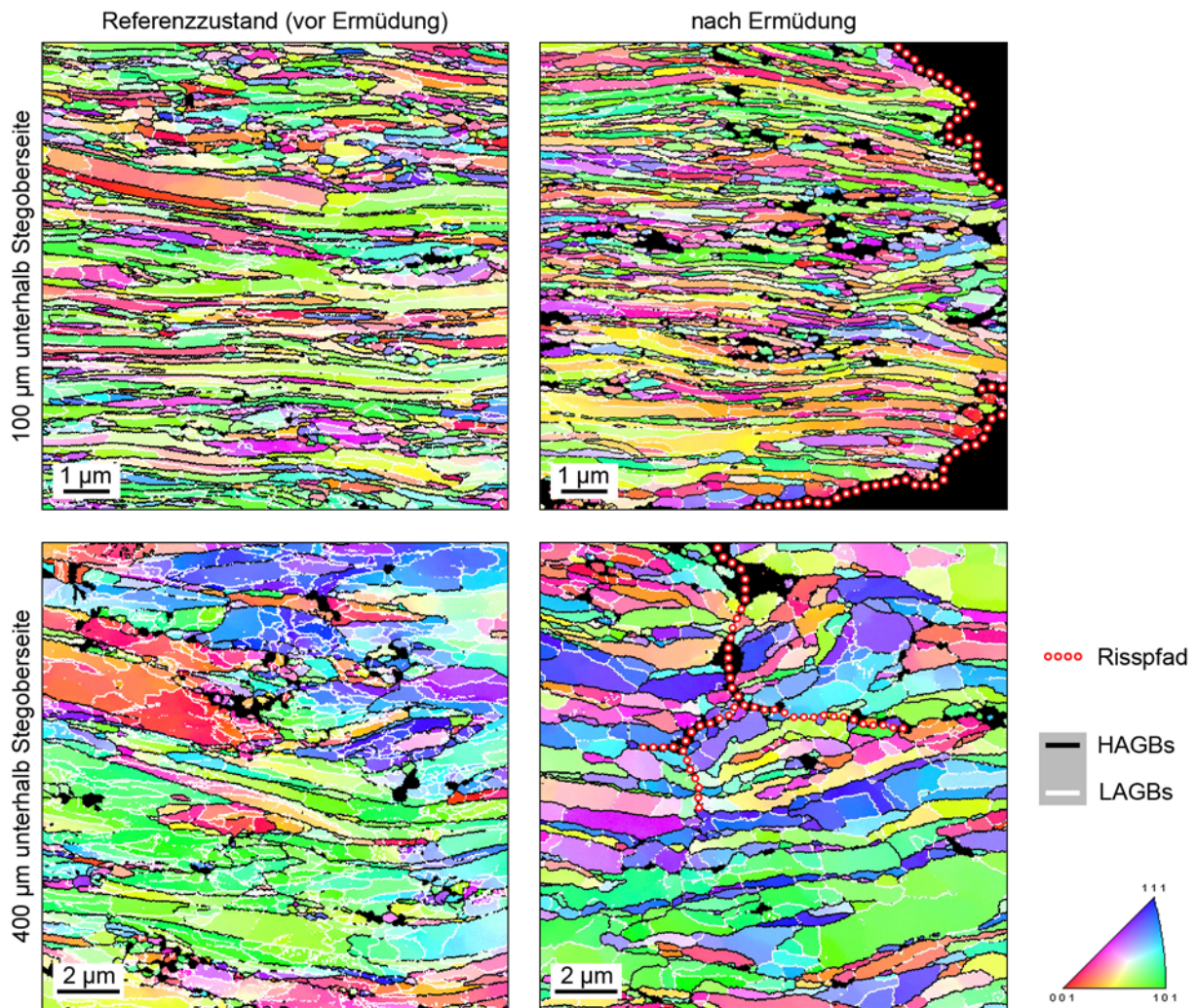


Abbildung 4.26: IPF-Darstellung des Gefüges im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11 vor und nach zyklischer mechanischer Belastung. Die Belastungsrichtung (maximale Spannungsamplitude) entspricht der Horizontalen.

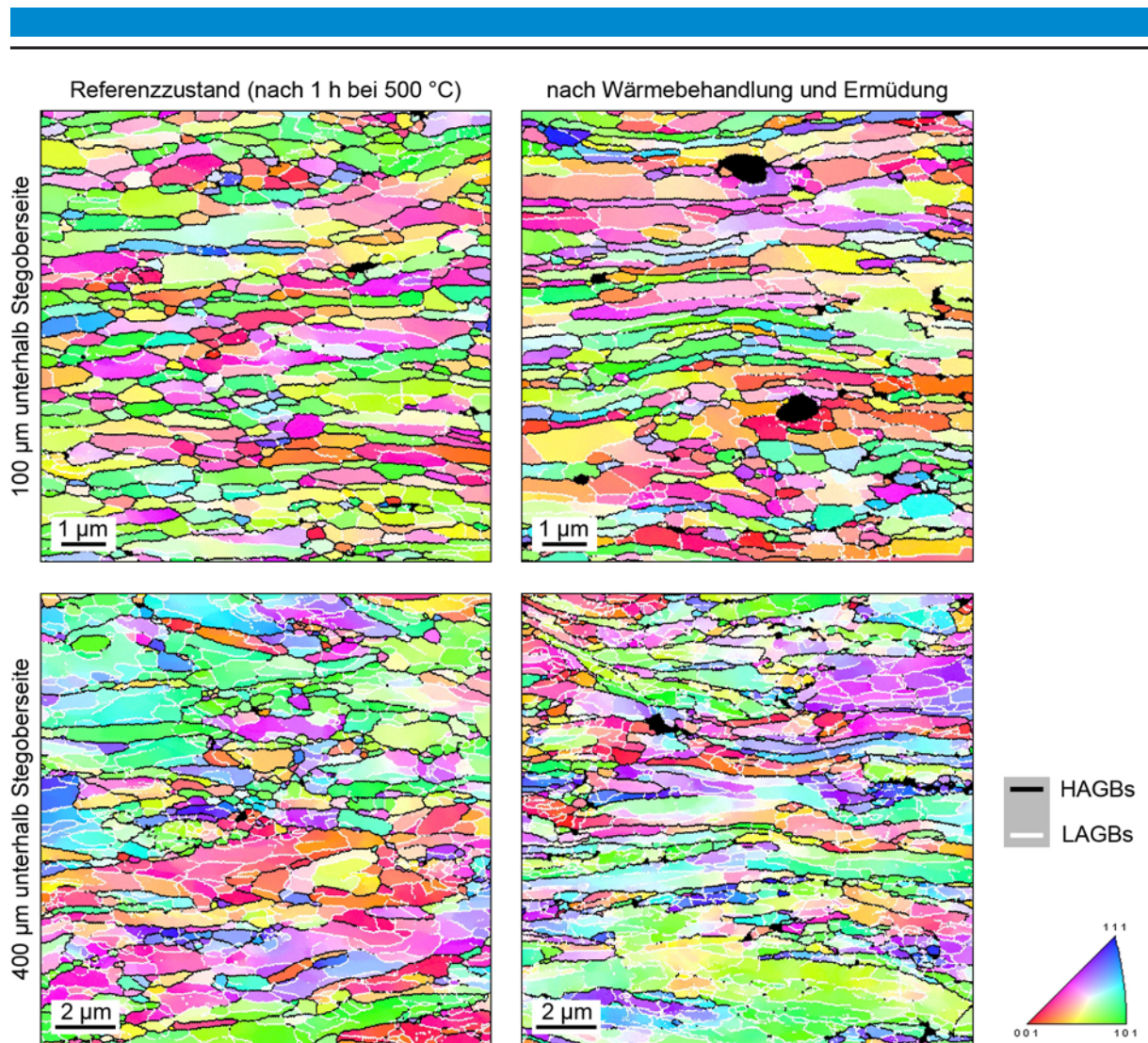


Abbildung 4.27: IPF-Darstellung des Gefüges im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11 nach Wärmebehandlung bei 500 °C und zyklischer mechanischer Belastung. Der Risspfad liegt jeweils 3 - 4 μm (rechts) außerhalb der IPF Darstellungen der ermüdeten Zustände. Die Belastungsrichtung (maximale Spannungsamplitude) entspricht der Horizontalen.

4.1.4 TEM Untersuchungen an DD11

Die TEM Untersuchungen dienen im Rahmen dieser Arbeit vorrangig einer qualitativen Abschätzung der Versetzungsdichte vor und nach Wärmebehandlungen und sollen zeigen, ob Mikrorisse im Gefüge vorhanden sind. Eine Gefügecharakterisierung der Gradienten in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen mittels TEM wurde aufgrund des hohen präparativen Aufwands nicht durchgeführt.

Die TEM Untersuchungen im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen ca. 50 μm unterhalb der Flanschoberseite zeigen ein Pancake UFG Gefüge mit Aspektverhältnissen von 3 bis > 10 (Mittelwert ~ 6). Die mittlere Pancake-Höhe wurde mithilfe des Linienschnittverfahrens zu 110 ± 25 nm bestimmt. Nach einer Wärmebehandlung für 1 h bei 500 °C ist eine Zunahme der Pancake-Höhe auf 190 ± 30 nm und eine Abnahme des mittleren Aspektverhältnisses auf ~ 4 zu verzeichnen. Diese Ergebnisse stimmen in guter Näherung mit den Werten aus EBSD Messungen 50 μm unterhalb der Flanschoberseite überein.

In allen untersuchten TEM-Proben sind Risse mit einer Länge von bis zu 1 μm zu erkennen, die annähernd parallel zur Flanschoberseite verlaufen (Abbildung 4.28). Eine statistisch gesicherte Quantifizierung der Häufigkeit von Rissen (sowohl insgesamt als auch vor und nach der Wärmebehandlung) ist, bedingt durch die geringe Fläche der untersuchten Proben (insgesamt ca. 350 μm^2), nicht möglich. Aufgrund der geringen Rissaufweitung kann zudem nicht sichergestellt werden, dass alle Risse detektiert werden, da hierfür der Primärstrahl annähernd in der Rissebene liegen muss. Da in jeder der fünf untersuchten Lamellen ein oder mehrere Risse zu finden waren, ist jedoch von einer Häufigkeit $> 1/50$ μm^{-2} auszugehen.

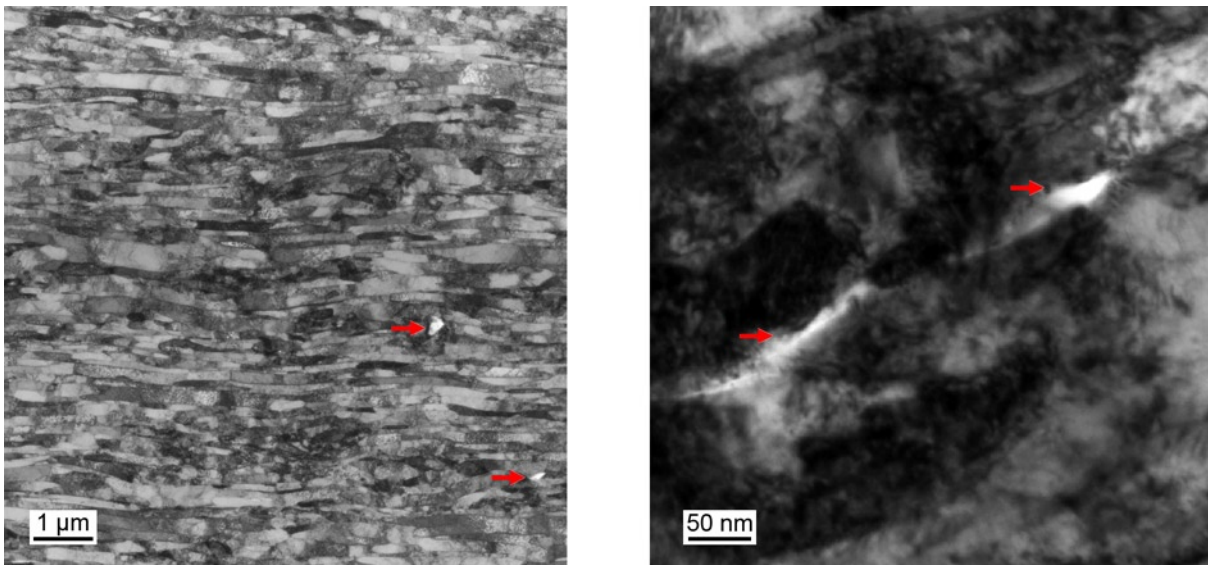


Abbildung 4.28: TEM Hellfeld Aufnahmen an einer mittels Focused Ion Beam präparierten Probe aus einem DD11 Spaltbiegeprofil nahe der Stegoberseite (Pfeile markieren Risse).

Ein Verkippen der Proben gegenüber dem Primärstrahl zeigt eine sehr hohe Versetzungsdichte im UFG Gefüge der Spaltbiegeprofile (Abbildung 4.29 oben). Eine Wärmebehandlung für 1 h bei 500 °C führt zu einer Abnahme der Versetzungsdichte (Abbildung 4.29 unten), wobei auch nach der Wärmebehandlung in nahezu allen Körnern Versetzungen vorliegen. Unter der Annahme, dass in jedem Korn mindestens eine Versetzung vorliegt, ergibt sich bei einer mittleren Querschnittsfläche der Körner von $\sim 0,1 \mu\text{m}^2$ eine Versetzungsdichte $> 10^{13} \text{ m}^{-2}$ für den wärmebehandelten Zustand.

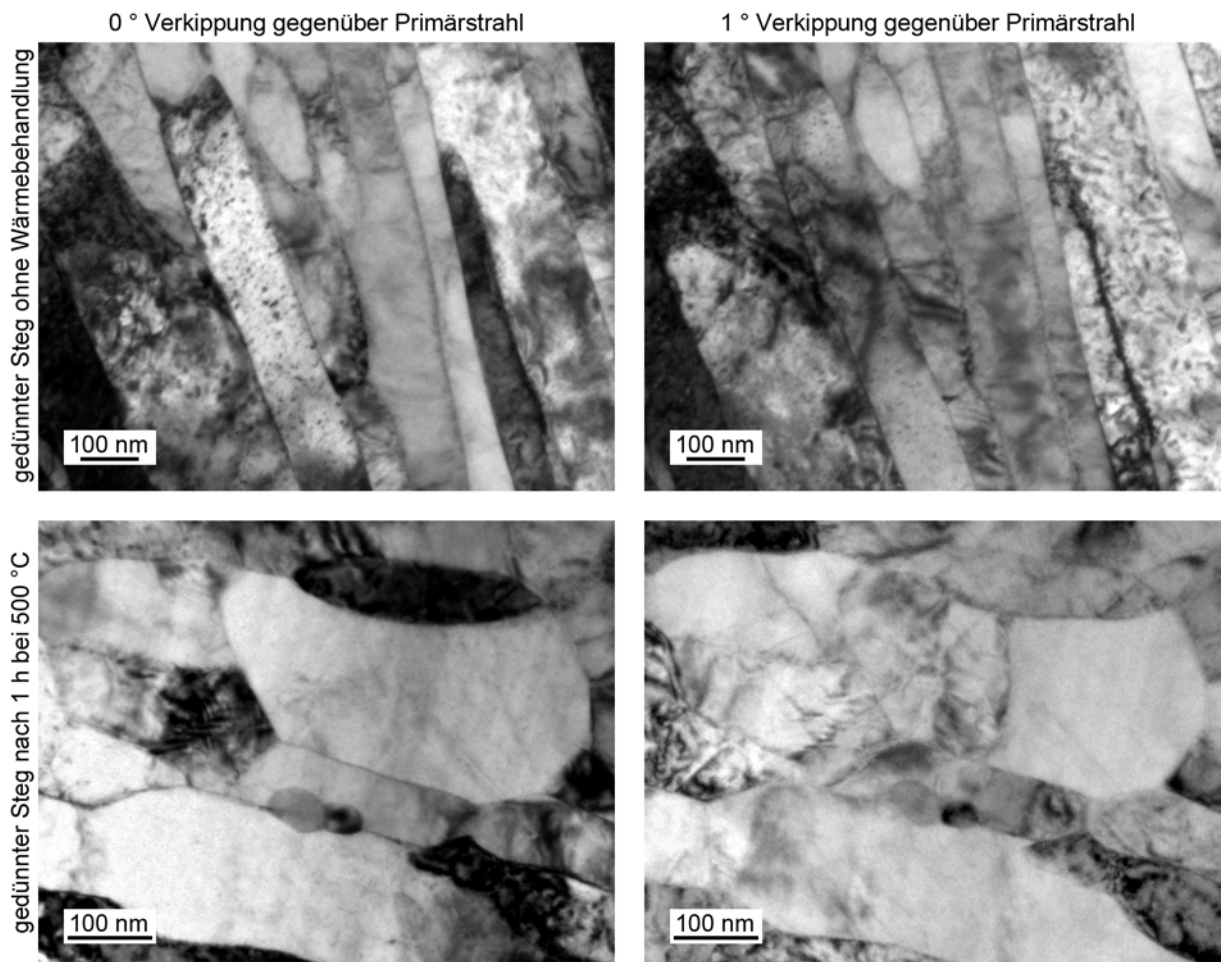


Abbildung 4.29: TEM Hellfeld Aufnahmen an Proben aus DD11 Spaltbiegeprofilen im Ausgangszustand und nach Wärmebehandlung mit variiertem Verkippen der Probennormalen gegenüber dem Primärstrahl.

4.2 Texturanalyse

4.2.1 Anpassung des Koordinatensystems

Ein Vergleich der aus EBSD Messungen an Spaltprofilen ermittelten ODFs mit typischen Verformungstexturen ferritischer Stähle setzt eine vergleichbare Ausrichtung des Probenkoordinatensystems an der Fließrichtung des Materials voraus. Unter Vernachlässigung von Längsdehnungen kann die Verformung im Spaltprofilierprozess in erster Näherung als Stauchung im Spaltgrund mit resultierendem einachsigem Materialfluss in Richtung der Flanschspitze betrachtet werden. Dies weist Analogien zum Walzen auf (Stauchung unter ebener Dehnung), weshalb ein für Walzprozesse typisches Koordinatensystem mit den Achsen RD (Walzrichtung), TD (Querrichtung) und ND (Blechnormale) gewählt wurde. Folglich liegen die RD und TD Achse in der Flanschebene und die ND Achse entspricht der Normalen der Flanschoberseite.

Die RD Achse muss parallel zur Fließrichtung des Materials ausgerichtet werden, wobei diese, wie von Bohn an vergleichbarem Probenmaterial gezeigt wurde [BOH10], nicht der kürzesten Verbindung zwischen Spaltgrund und Flanschspitze entspricht. So sind in Flachscliffen des Flansches Fließlinien zu erkennen, die gegenüber der direkten Achse zwischen Spaltgrund und Flanschspitze zwischen 20° und 35° gedreht sind [BOH10]. Die Ausrichtung der Fließlinien ist nicht vom Abstand zur Flanschoberseite abhängig, jedoch sind die Fließlinien mit zunehmendem Abstand schwächer ausgeprägt. Aufgrund der Beobachtungen wurde die RD Achse im Flansch entlang der Fließlinien in der Flanschebene ausgerichtet. Die Drehung der Fließlinien wurde anhand eines geätzten Flachscliffs im Abstand von 6 mm zur Flanschspitze (in dem alle EBSD Messungen durchgeführt wurden) zu $\sim 25^\circ$ bestimmt (Abbildung 4.30).

4.2.2 Textur im Flansch von Spaltprofilen

Nach Anpassung des Koordinatensystems an die im Flachscliff ermittelte Fließrichtung des Materials zeigen die ODFs der EBSD Messungen nahe der Flanschoberseite eine ausgeprägte Walztextur mit hohen Intensitäten im Bereich der α - und γ -Faser (Abbildung 4.31). Gegenüber den idealen Lagen ist die γ -Faser geringfügig um die φ_2 -Achse gedreht und die α -Faser entsprechend verkürzt. Mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite zerfällt die Fasertextur in einzelne Lagen mit hoher Intensität. Bis zu einer Tiefe von $200\ \mu\text{m}$ treten die höchsten Intensitäten in der $\{0\ 0\ 1\}\langle 1\ 1\ 0\rangle$ Lage ($\varphi_1 = 0^\circ$ bzw. 90° , $\Phi = 0^\circ$), die als gedrehte Würfellage bezeichnet wird, auf. Die Intensität dieser Lage nimmt von der Flanschoberseite zur Flanschunterseite um über eine Größenordnung ab. Im Abstand von $300\ \mu\text{m}$ zur Flanschoberseite liegt die höchste Intensität im Bereich der $\{1\ 1\ 1\}\langle 0\ 1\ 1\rangle$ Lage ($\varphi_1 = 60^\circ$, $\Phi = 55^\circ$) vor. In Richtung Flanschunterseite zerfällt dieses Maximum in zwei Komponenten, von denen eine in die $\{1\ 1\ 0\}\langle 0\ 0\ 1\rangle$ Lage (Goss-Lage, $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 90^\circ$) übergeht, während sich die andere zu kleineren Φ -Werten verschiebt.

Ab einem Abstand von $500\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite liegen die maximalen Intensitäten der ODF nicht mehr innerhalb des $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitts, wodurch die Aussagekraft der reduzierten ODF-Darstellung begrenzt ist. Zusätzlich ist zu berücksichtigen, dass in diesen Bereichen kaum mehr Fließlinien in Flachscliffen des Flansches zu erkennen sind. Somit ist es fraglich, in wie weit sich das verwendete Probenkoordinatensystem noch an der Fließrichtung des Materials orientiert.

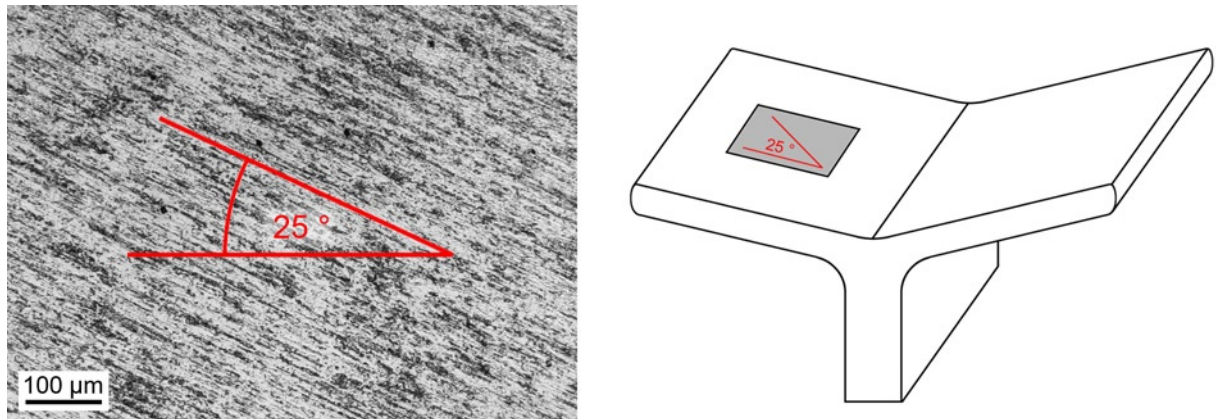


Abbildung 4.30: Fließlinien im Flachscliff der Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE 500.

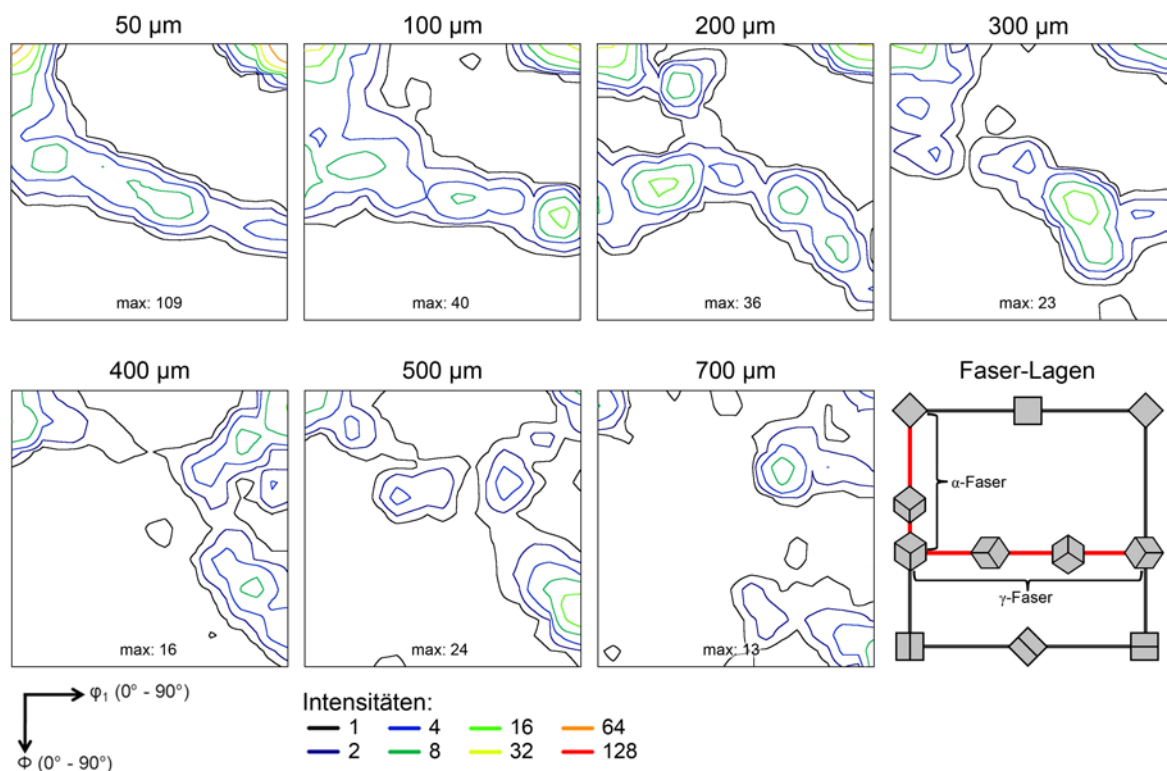


Abbildung 4.31: ODF Schnitte ($\varphi_2 = 45^\circ$) im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 in Abhängigkeit vom Abstand zur Flanschoberseite.

4.2.3 Einfluss von Wärmebehandlungen

Wärmebehandlungen bis 450 °C führen nur zu geringfügigen Änderungen in der Textur, wobei die Trends denen von Wärmebehandlungen bei 500 °C entsprechen, weshalb im Folgenden nur die Ergebnisse für Temperaturen ab 500 °C dargestellt sind (Abbildung 4.32).

Nach 1 h bei 500 °C ist im Bereich der Flanschoberseite ein Zerfall der γ -Faser in einzelne Orientierungen zu erkennen, wie z.B. $(1\ 1\ 1)[-1\ -2\ 3]$ ($\varphi_1 = 79^\circ$, $\Phi = 55^\circ$) im Abstand von 50 μm bzw. $(1\ 1\ 1)[-1\ -1\ 2]$ ($\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 55^\circ$) im Abstand von 200 μm . Die Intensität der gedrehten Würfellage $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$ steigt infolge der Wärmebehandlung und weist analog zum Ausgangszustand bis 200 μm unterhalb der Flanschoberseite die höchste Intensität innerhalb der gesamten ODF auf. Das lokale Intensitätsmaximum, welches im Abstand von 500 μm in etwa bei $(3\ 3\ 1)[-1\ -1\ 6]$ ($\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 77^\circ$) vorliegt und in Richtung Flanschunterseite in die Goss-Lage übergeht (siehe Abbildung 4.31), verschwindet nach 1 h bei 500 °C vollständig.

Nach Wärmebehandlung bei 550 °C für 1 h verschwindet die γ -Faser im Abstand von 50 μm unterhalb der Flanschoberseite, wogegen bei 200 μm eine Stabilisierung der Faser zu verzeichnen ist. In beiden Positionen liegt die maximale Intensität der ODF in der gedrehten Würfellage, deren Intensität höher ist als im Ausgangszustand bzw. nach Wärmebehandlungen bei niedrigeren Temperaturen. Im Bereich 500 μm unterhalb der Flanschoberseite ist zwischen den Wärmebehandlungen bei 500 °C und 550 °C nur eine geringfügige Änderung der Textur zu erkennen. Die höchsten Intensitäten des $\varphi_2 = 45^\circ$ Schnitts liegen in der gedrehten Würfellage und nahe der $(1\ 1\ 3)[-1\ -2\ 1]$ Orientierung ($\varphi_1 = 74^\circ$, $\Phi = 25^\circ$), wogegen die im Ausgangszustand ausgeprägte $(3\ 3\ 1)[-1\ -1\ 6]$ Orientierung fast vollständig verschwindet.

Nach 1 h bei 600 °C erreicht die Intensität der gedrehten Würfellage 50 μm unterhalb der Flanschoberseite das 250fache einer regellosen Verteilung, was der höchste Wert aller im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen ist. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass die EBSD Messungen nach Wärmebehandlung bei 600 °C infolge der höheren Korngröße weniger als 1000 Körner enthalten. Dadurch sind die Absolutwerte der Intensitäten innerhalb der ODFs nicht statistisch abgesichert und dementsprechend nur von begrenzter Aussagekraft. Innerhalb der γ -Faser ist nach 1 h bei 600 °C nur eine geringe Intensität zu erkennen. Im Abstand von 200 μm zur Flanschoberseite liegt die höchste Intensität in der gedrehten Würfellage vor, wobei diese um einen Faktor zwei bis drei geringer ist als im Ausgangszustand bzw. nach Wärmebehandlungen bei niedrigeren Temperaturen. Dies deutet darauf hin, dass bei 600 °C lokal unterschiedliche Prozesse im Gefügegradienten ablaufen, da die Intensität der gedrehten Würfellage 50 μm unterhalb der Flanschoberseite stark ansteigt, wogegen im Abstand von 200 μm zur Flanschoberseite eine deutliche Abnahme zu verzeichnen ist (Abbildung 4.33). Im Bereich 500 μm unterhalb der Flanschoberseite ist, wie nach Wärmebehandlungen bei niedrigeren Temperaturen, nur eine schwach ausgeprägte Textur vorhanden. Die prominenten Lagen des Ausgangszustands bzw. der bei niedrigeren Temperaturen wärmebehandelten Zustände weichen einer Fasertextur, deren Lagen jedoch keinen typischen Fasern von krz Metallen entsprechen.

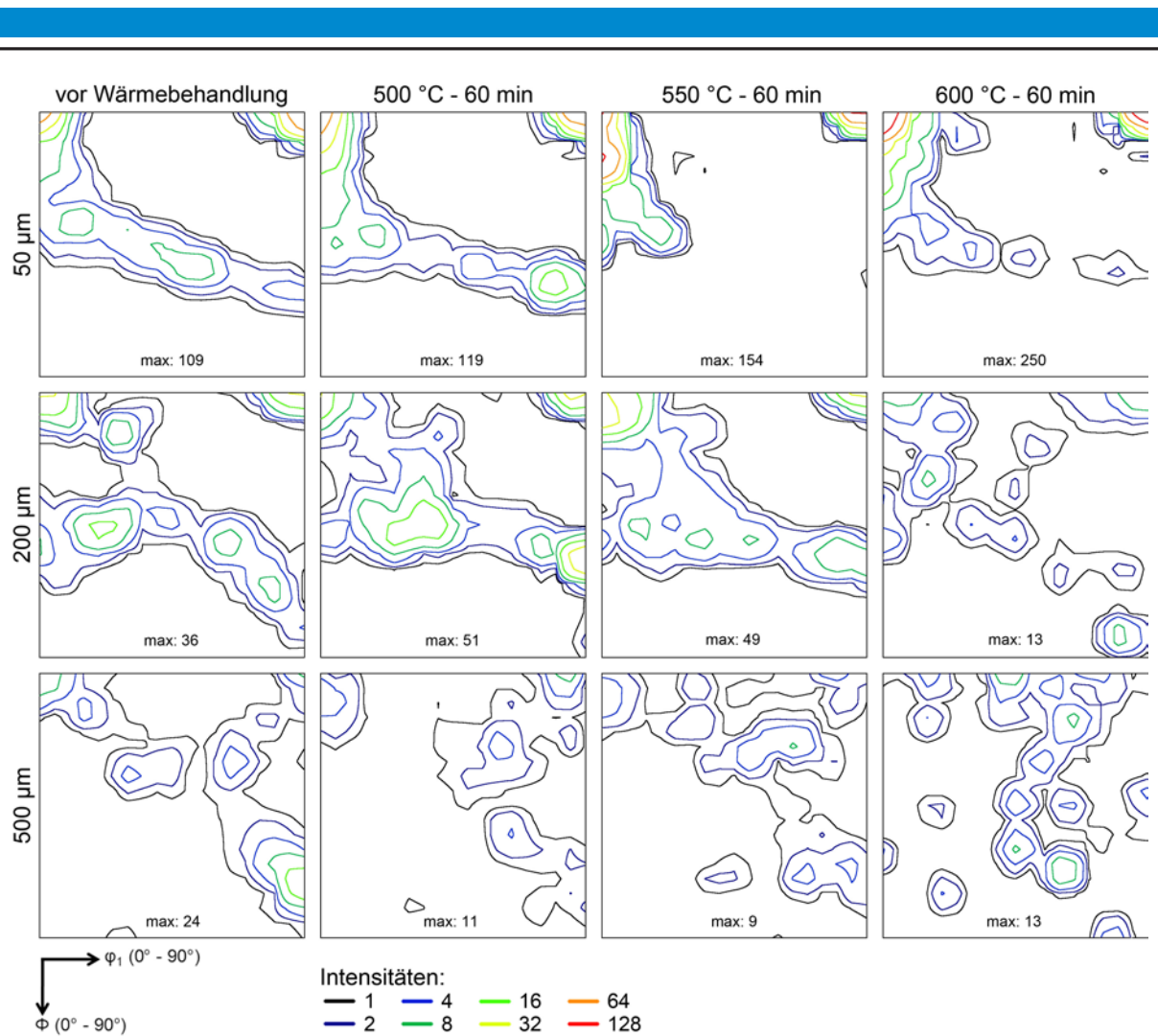


Abbildung 4.32: Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Textur im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500. Dargestellt sind ODF Schnitte ($\phi_2 = 45^\circ$) im Abstand von 50 μm , 200 μm und 500 μm zur Flanschoberseite.

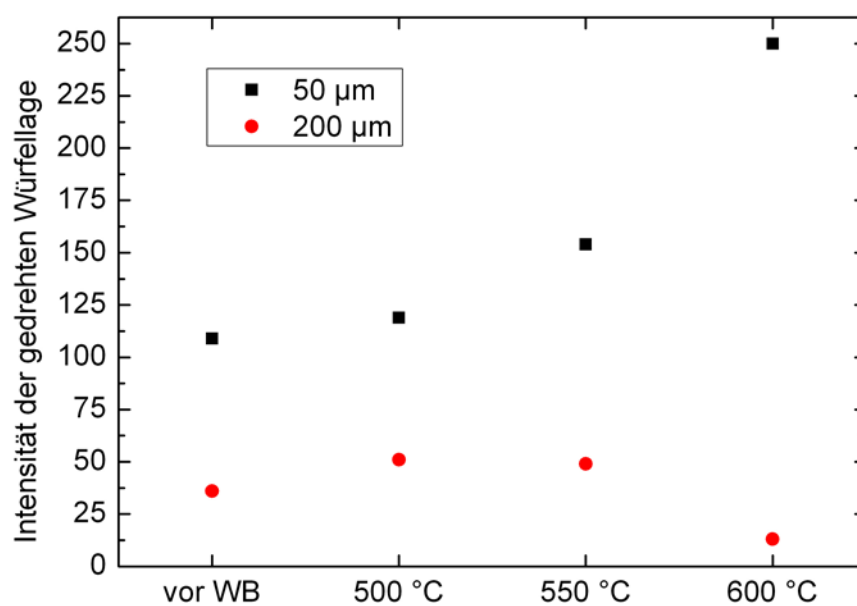


Abbildung 4.33: Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Intensität der gedrehten Würfellage im Abstand von 50 μm und 200 μm zur Flanschoberseite.

4.3 Eigenspannungsmessungen

4.3.1 ZStE500 Spaltprofile

Die röntgenographisch ermittelten Eigenspannungsmessungen in Längsrichtung des Spaltprofils zeigen hohe Druckeigenspannungen von ca. 500 MPa im Spaltgrund und Zugeigenspannungen von ca. 100 MPa im Flansch (Abbildung 4.34). Nahe der Flanschspitze, d.h. außerhalb des homogenen Gefüge- und Eigenschaftsgradienten senkrecht zur Flanschoberseite, sinken die Zugeigenspannungen auf ca. 40 MPa. Unter Vernachlässigung von Spannungsumlagerungen durch das Heraustrennen der 3-Punkt-Biegeproben können demnach mittlere Zugeigenspannungen im Bereich der Flanschoberseite in Probenlängsrichtung von 100 ± 50 MPa angenommen werden.

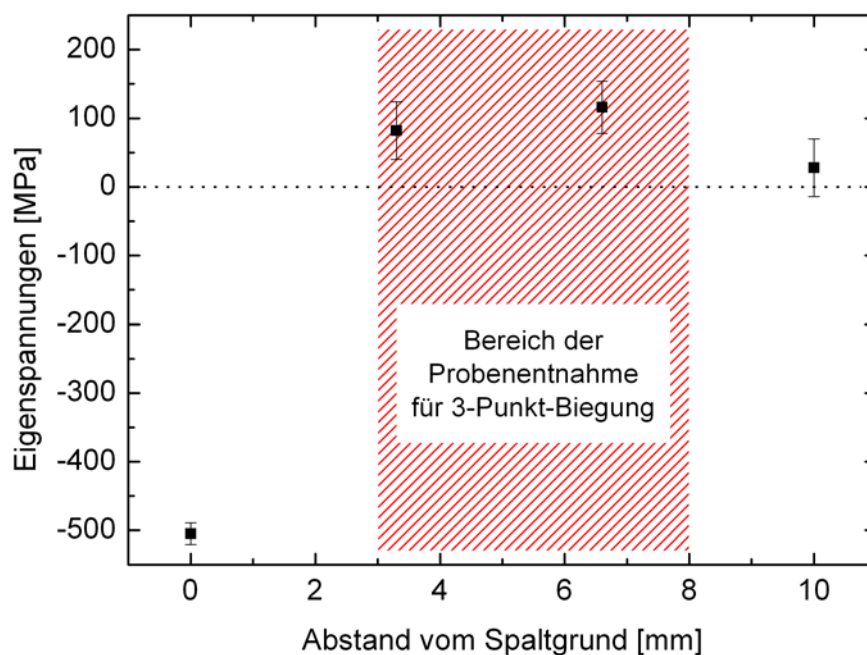


Abbildung 4.33: Eigenspannungen in Längsrichtung an der Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500.

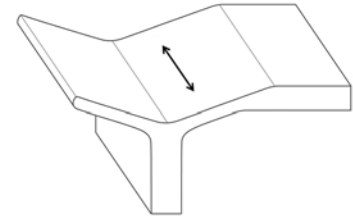
4.3.2 DD11 Spaltbiegeprofile

In Spaltbiegeprofilen wurden die Eigenspannungen im Bereich des gedünnten Stegs im Ausgangszustand sowie nach Wärmebehandlungen für jeweils 1 h bei 400 °C und 500 °C ermittelt. Im spaltgebogenen Ausgangszustand liegen nahe der Oberfläche Druckeigenspannungen von ca. 300 MPa in Längsrichtung des Profils vor. Infolge der Wärmebehandlungen steigen die Druckeigenspannungen auf > 500 MPa, wobei im Rahmen der Messgenauigkeit kein Effekt der Wärmebehandlungstemperatur zu verzeichnen ist (Tabelle 4.2). Die deutliche Erhöhung der Eigenspannungen ist insofern überraschend, da derartige Wärmebehandlungen (Spannungsarmglühen) normalerweise zur Absenkung des Betrags von Eigenspannungen führen. Dieser Effekt lässt darauf

schließen, dass infolge der Wärmebehandlungen eine Umlagerung der Eigenspannungen im Bauteil auftritt, was letztlich zu einer Erhöhung der Druckeigenspannungen an der Stegobenseite führt.

Tabelle 4.2: Eigenspannungen in Längsrichtung in der Oberseite des gedünnten Stegs von Spaltbiegeprofilen aus DD11.

Probenzustand	Eigenspannungen [MPa]
ohne Wärmebehandlung	-291 ± 53
nach 1 h bei 400 °C	-564 ± 42
nach 1 h bei 500 °C	-526 ± 95



4.4 Mechanische Eigenschaften

4.4.1 Härte ZStE500

Härte im Anlieferungszustand

Der Werkstoff ZStE500 weist im CG Anlieferungszustand (Platine) eine Härte von 197 HV0,05 mit einer Standardabweichung von 6 HV0,05 auf. Die Härte ist richtungsunabhängig und konstant über den Querschnitt des Bleches.

Härte im Flansch von Spaltprofilen

Im spaltprofilierten Zustand weisen die Flansche einen charakteristischen Härtegradienten senkrecht zur Flanschobenseite auf (Abbildung 4.35). Die Härte liegt im gesamten Verlauf oberhalb der des Grundwerkstoffs und steigt in Richtung der Flanschobenseite kontinuierlich an.

Härte nach Wärmebehandlungen

Der in Abbildung 4.35 dargestellte Härtegradient bleibt nach Wärmebehandlungen mit Temperaturen von bis zu 300 °C erhalten. Ab Wärmebehandlungstemperaturen von 350 °C ist eine signifikante Abnahme der Härte zu verzeichnen (Tabelle 4.3). Dieser Effekt ist nahe der Flanschobenseite am stärksten ausgeprägt und führt zu einem Abflachen des Härtegradienten bis hin zu einem Plateau konstanter Härte nach 1 h bei 500 °C (Abbildung 4.36). Nach Wärmebehandlung bei 600 °C fällt die Härte im Flansch unter das Niveau des Anlieferungszustands und liegt bei ca. 140 HV0,05 bzw. 162 HV0,05 nahe der Flanschobenseite.

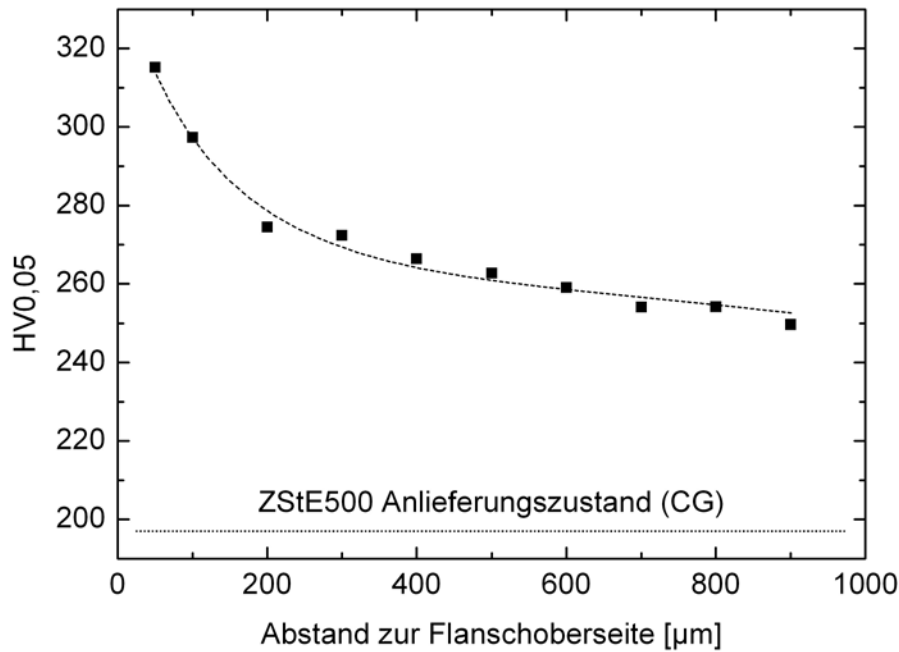


Abbildung 4.35: Härteverlauf senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

Tabelle 4.3: Einfluss der Wärmebehandlungstemperatur auf die Härte 50 μm unterhalb der Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

Zustand	Spaltprofiliert	300 °C - 1 h	350 °C - 1 h	400 °C - 1 h	450 °C - 1 h
HV0,05	315 \pm 5	313 \pm 8	291 \pm 8	282 \pm 7	261 \pm 7

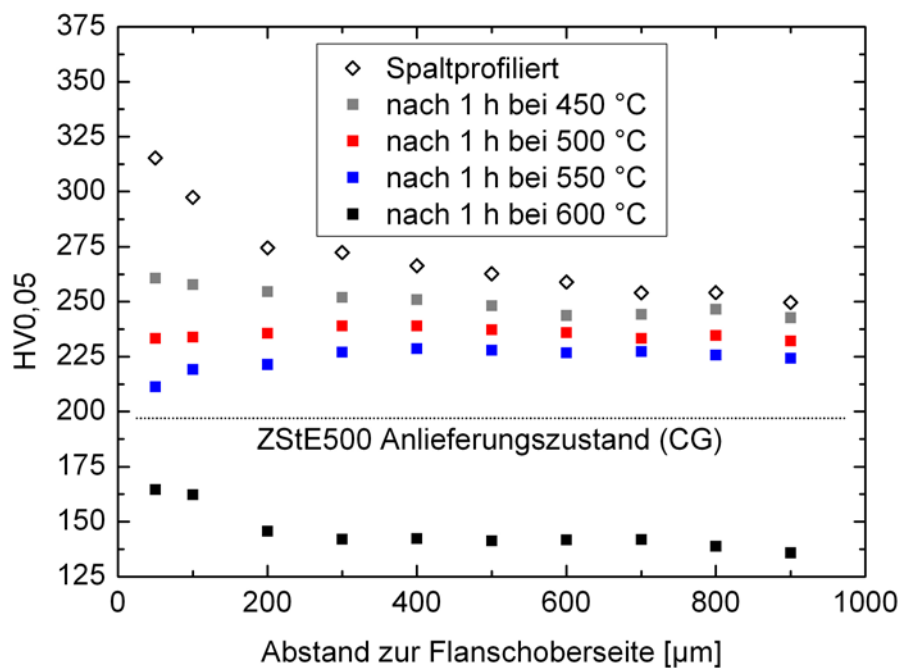


Abbildung 4.36: Einfluss verschiedener Wärmebehandlungstemperaturen auf den Härteverlauf senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

Abbildung 4.37 zeigt, dass der Einfluss der Wärmebehandlungsdauer auf die Härte stark von der Temperatur abhängig ist. So unterscheiden sich die Härteverläufe nach 2 min und 600 min bei 450 °C nur geringfügig im Bereich der Flanschoberseite. Folglich ist die Härte in diesem Temperaturbereich in erster Näherung unabhängig von der Dauer der Wärmebehandlung. Dagegen ist bei 550 °C mit zunehmender Dauer der Wärmebehandlung ein deutlicher Abfall der Härte zu verzeichnen. Hierbei ist auffällig, dass der Gradient im Härteverlauf bereits nach 2 min in ein Plateau bei ca. 240 HV0,05 übergeht und nach 600 min wiederum ein Gradient zu erkennen ist, mit annähernd linearem Härteanstieg in Richtung der Flanschoberseite.

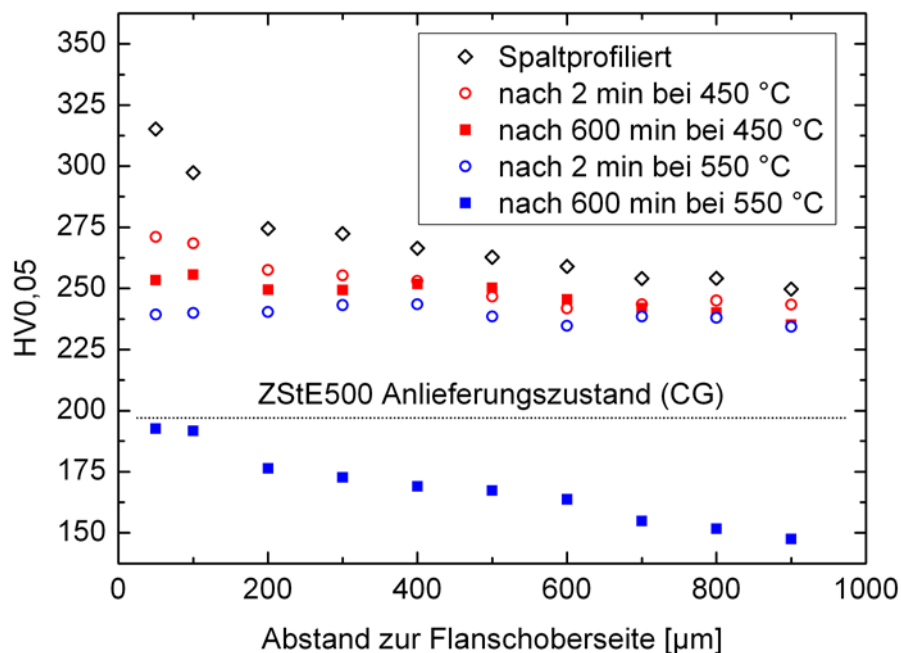


Abbildung 4.37: Einfluss der Wärmebehandlungsdauer bei 450 °C und 550 °C auf den Härteverlauf senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

Einfluss zyklischer mechanischer Beanspruchung

Der Einfluss zyklischer mechanischer Beanspruchung auf die Festigkeit des UFG Gradientengefüges in ZStE500 wurde anhand einer 3-Punkt-Biegeprobe mit einer Ermüdungsdauer von $5 \cdot 10^5$ Lastwechseln untersucht. Hierfür wurden mithilfe eines Nanoindenters Härtemessungen parallel zur maximal beanspruchten äußersten Faser (Flanschoberseite) nahe des Ermüdungsrisses durchgeführt. Als Referenz dienten Messungen am Probenrand im mechanisch nicht beanspruchten Bereich außerhalb der äußeren Auflagerpunkte.

Die Ermüdungsbeanspruchung führt zu keiner signifikanten Änderung der Härte im Bereich der Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500. Dies ist in Abbildung 4.38 exemplarisch für einen Abstand von 100 μm zur Flanschoberseite dargestellt. Der Mittelwert aller dargestellten Messungen liegt bei 431 HV0,001 gegenüber einem Referenzwert von 432 HV0,001 mit einer Standardabweichung von 21 HV0,001.

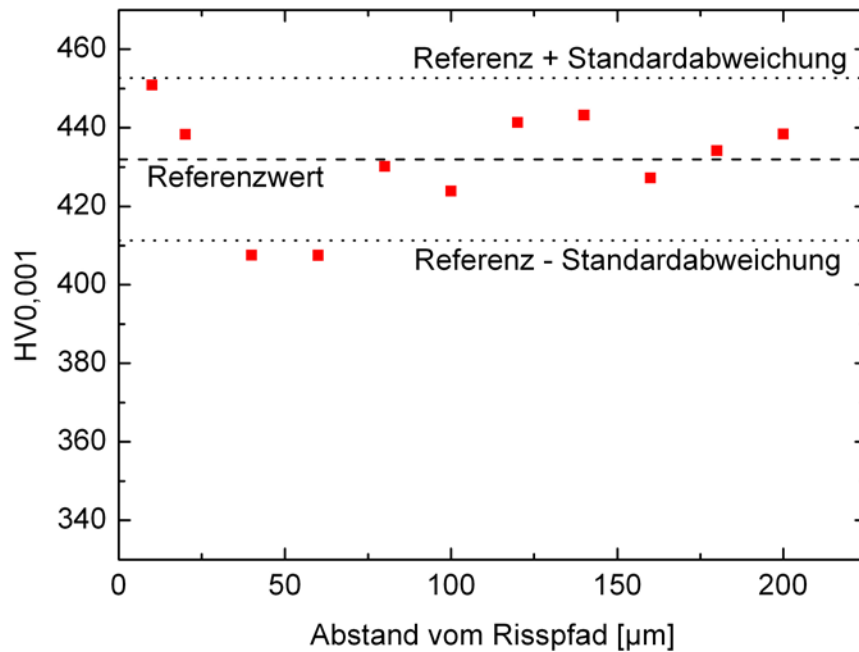


Abbildung 4.38: Einfluss verschiedener Wärmebehandlungstemperaturen auf den Härteverlauf senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500.

4.4.2 Härte DD11

Härte im Anlieferungszustand

Der Werkstoff DD11 weist im CG Anlieferungszustand (Platine) eine Härte von 168 HV0,05 mit einer Standardabweichung von 4 HV0,05 auf. Die Härte ist richtungsunabhängig und konstant über den Querschnitt des Bleches.

Härte im Flansch und im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen

Im Gegensatz zu Spaltprofilen aus ZStE500 lagen zu Spaltbiegeprofilen aus DD11 bislang keine Untersuchungen zur Verteilung der mechanischen Eigenschaften in den hochverformten Bereichen (Flansch und gedünnter Steg) vor. Folglich wurde zunächst die Härteverteilung im Querschliff sowohl parallel als auch senkrecht zur Flansch- bzw. Stegobenseite (d.h. Kontaktfläche der Spaltwalze) untersucht.

Parallel zur Kontaktfläche der Spaltwalze ausgehend von der Flanschspitze in Richtung Spaltgrund steigt die Härte zunächst an und geht nach wenigen Millimetern in ein Plateau über, das sich über den Spaltgrund hinweg bis in den gedünnten Steg erstreckt. Im weiteren Verlauf ist ein linearer Abfall der Härte bis auf das Niveau des Anlieferungszustands zu verzeichnen (Abbildung 4.39). Das Niveau des Härteplateaus ist abhängig vom Abstand zur Kontaktfläche der Spaltwalze, d.h. je geringer die Entfernung zur Flansch- bzw. Stegobenseite ist, desto höher liegt das Härteplateau. Die Lage des Plateaus ist asymmetrisch zum Spaltgrund, d.h. etwa 2/3 des Plateaus liegen im gedünnten Steg und 1/3 im Flansch.

Senkrecht zur Kontaktfläche der Spaltwalze zeigt sich im Bereich der Härteplateaus ein charakteristischer Härtegradient, der in Abbildung 4.40 dargestellt ist. Das Härtemaximum beträgt ca. 350 HV_{0,05} und liegt an der Flansch- bzw. Stegobenseite vor. Mit zunehmendem Abstand zur Oberseite fällt die Härte kontinuierlich ab, wobei der Gradient nahe der Stegobenseite sehr steil verläuft und ab einem Abstand von ca. 300 μm deutlich abflacht.

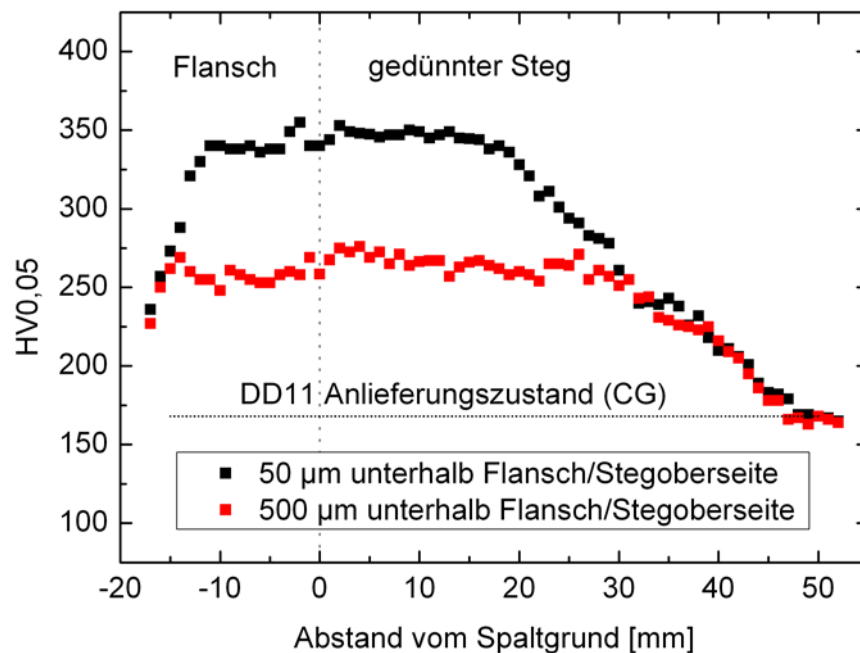


Abbildung 4.39: Härteverläufe parallel zur Kontaktfläche der Spaltwalze in Spaltbiegeprofilen aus DD11.

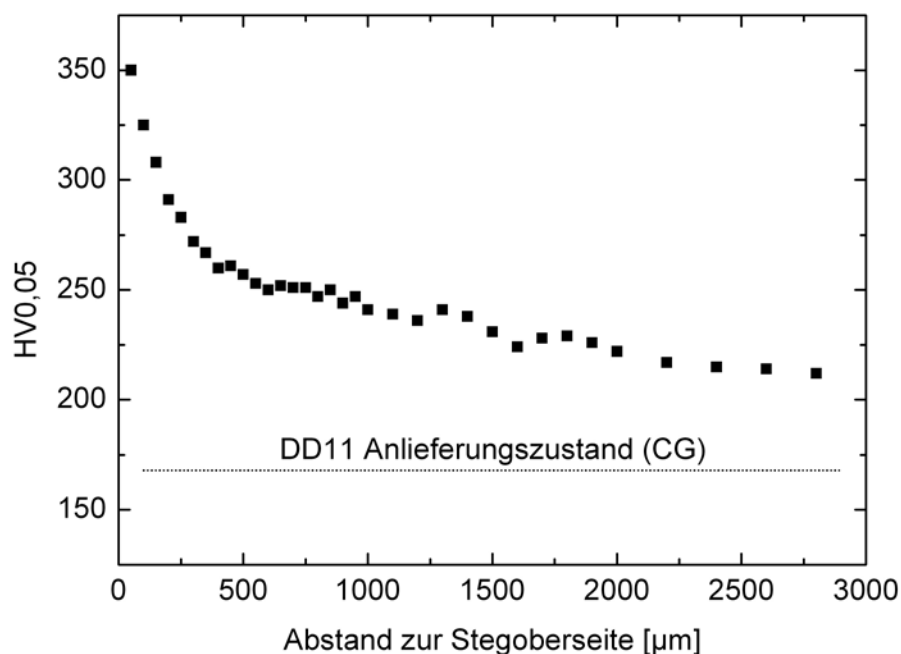


Abbildung 4.40: Härteverlauf senkrecht zur Stegobenseite im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11.

Härte nach Wärmebehandlungen

Nach einer Wärmebehandlung bei 500 °C für 1 h sinkt die Härte im gedünnten Steg, wobei die Abnahme nahe der Stegoberseite deutlich stärker ausgeprägt ist als an der Stegunterseite (Abbildung 4.41). Dies resultiert in einem flacheren, annähernd linearen Härtegradienten senkrecht zur Stegoberseite. Nach 1 h bei 600 °C fällt die Härte an der Stegoberseite bis zu einem Abstand von 600 μm auf ca. 130 HV_{0,05} ab und liegt damit deutlich unter der Grundhärte des Anlieferungszustands. Zwischen 600 μm und 1000 μm steigt die Härte auf ca. 210 HV_{0,05} und bleibt im weiteren Verlauf in Richtung Stegunterseite konstant.

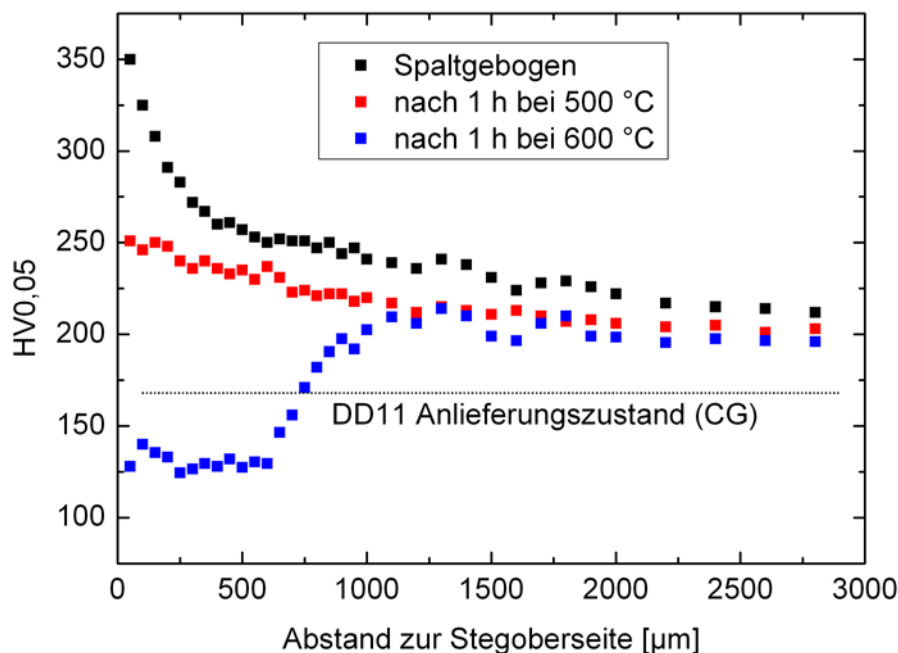


Abbildung 4.41: Härteverläufe senkrecht zur Stegoberseite im gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen aus DD11 nach Wärmebehandlungen.

Härte nach zyklischer mechanischer Beanspruchung

Der Einfluss zyklischer mechanischer Beanspruchung auf die Festigkeit des UFG Gradientengefüges in DD11 wurde anhand von 3-Punkt-Biegeproben mit einer Ermüdungslebensdauer von ca. $2 \cdot 10^5$ Lastwechseln untersucht. Hierfür wurden jeweils Härtemessungen parallel zur maximal beanspruchten äußersten Faser (Stegoberseite) nahe des Ermüdungsrisses durchgeführt. Als Referenz dienten Messungen am Probenrand im mechanisch nicht beanspruchten Bereich außerhalb der äußeren Auflagerpunkte. Die Standardabweichung aller Referenzmessungen lag bei ca. 20 HV_{0,001}.

Abbildung 4.42 zeigt, dass im Abstand von 100 μm unterhalb der Stegoberseite eine Abnahme der Härte im Bereich des Ermüdungsrisses um ca. 50 HV_{0,001} zu verzeichnen ist. Bei einer vor der Ermüdungsbeanspruchung wärmebehandelten Probe (1 h bei 500 °C) liegen die Messwerte nahe des Ermüdungsrisses ca. 20 HV_{0,001} niedriger als der Referenzwert.

Messungen im zyklisch belasteten Bereich $400\text{ }\mu\text{m}$ unterhalb der Stegoberseite zeigen ebenfalls tendenziell geringere Härtewerte als die Referenzmessungen (Abbildung 4.43). Mit einer Abnahme um 12 HV0,001 (Spaltgebogen) bzw. 10 HV0,001 (wärmebehandelt) sind die Änderungen in Anbetracht der Standardabweichung der Referenzwerte gering.

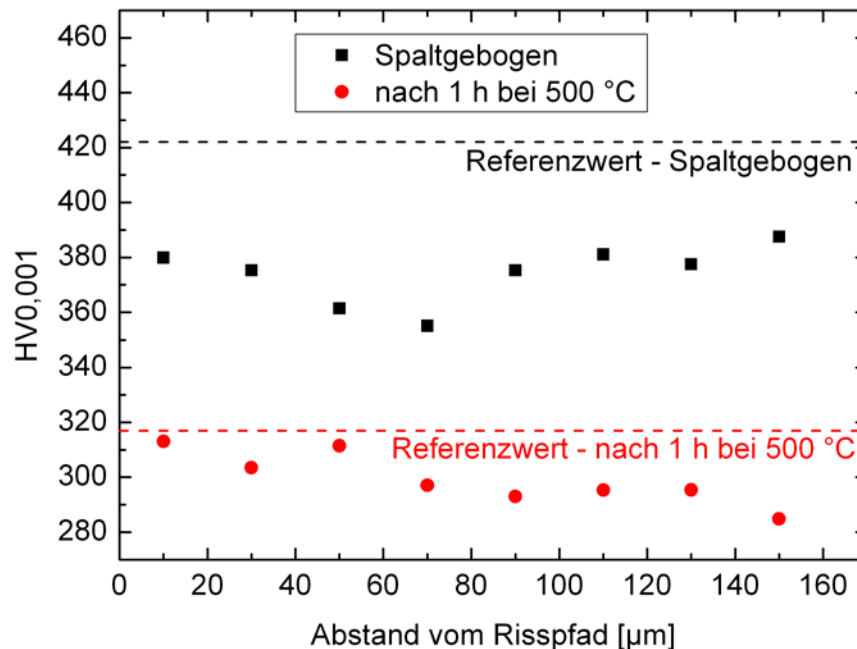


Abbildung 4.42: Härteverläufe parallel zur Stegoberseite im Abstand von $100\text{ }\mu\text{m}$ in DD11 3-Punkt-Biege-Proben mit Ermüdungsrissen.

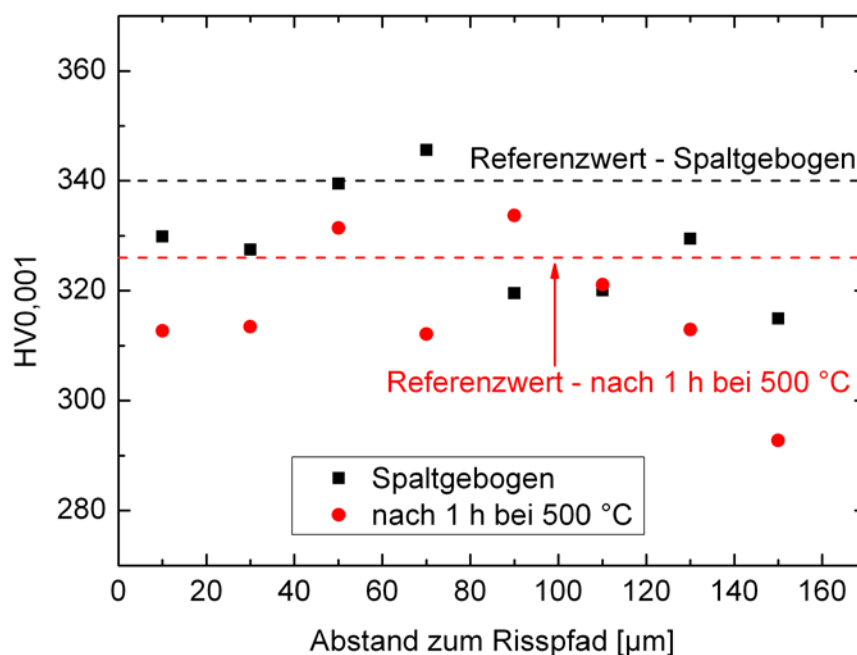


Abbildung 4.43: Härteverläufe parallel zur Stegoberseite im Abstand von $400\text{ }\mu\text{m}$ in DD11 3-Punkt-Biege-Proben mit Ermüdungsrissen.

4.4.3 Zugversuche ZStE500

Die Zugversuche an Proben aus Spaltprofil-Flanschen in Walzrichtung zeigen eine Steigerung der Streckgrenze und Zugfestigkeit um ca. 60 % gegenüber dem CG Anlieferungszustand (Abbildung 4.44). Das Verfestigungsvermögen und die Gleichmaßdehnung sind, wie für UFG Werkstoffe typisch, sehr gering.

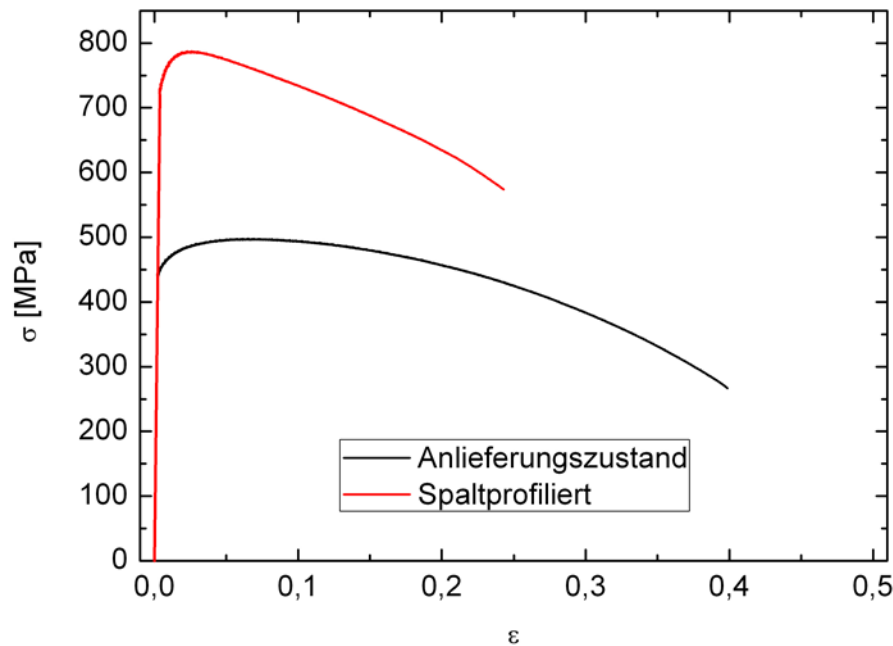


Abbildung 4.44: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven von ZStE500 im CG Anlieferungszustand und mit UFG Gradientengefüge nach Spaltprofilieren.

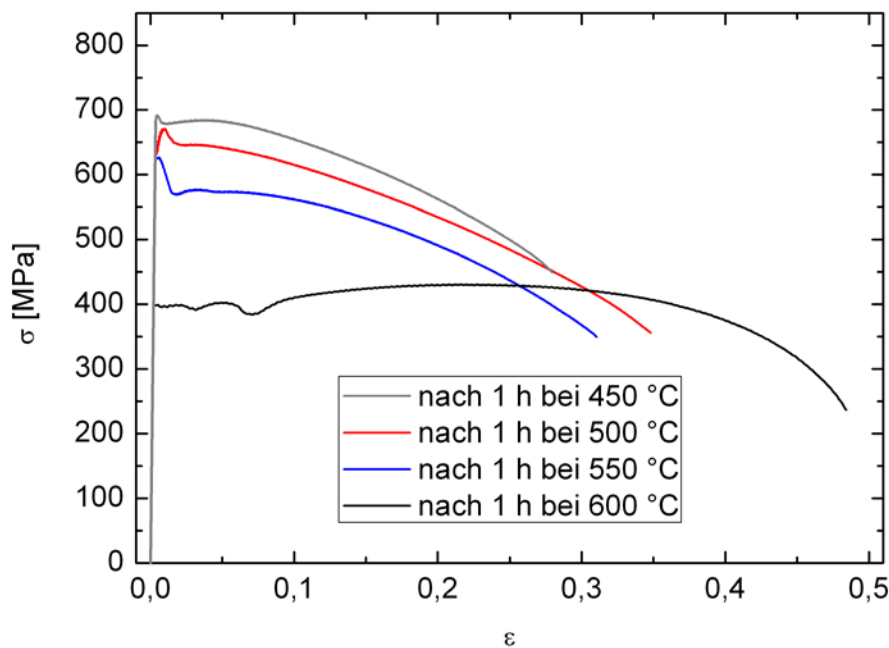


Abbildung 4.45: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven von ZStE500 mit UFG Gradientengefüge nach Wärmebehandlungen.

Abbildung 4.45 zeigt, dass die Streckgrenze und Zugfestigkeit im Flansch von Spaltprofilen mit zunehmender Temperatur der Wärmebehandlung absinken. Nach Wärmebehandlungen zwischen 450 °C und 550 °C tritt ein „yield-drop“ auf, d.h. die Spannung fällt nach Erreichen der Streckgrenze ab und stabilisiert sich anschließend auf einem niedrigeren Niveau. Die Gleichmaßdehnung steigt an, bleibt jedoch bis zu Wärmebehandlungstemperaturen von 550 °C mit 3 bis 3,5 % auf einem sehr niedrigen Niveau (Tabelle 4.4). Nach 1 h bei 600 °C fällt die Festigkeit stark ab und liegt mit $R_e = 400$ MPa und $R_m = 430$ MPa unter den Werten des Anlieferungszustands. Die Gleichmaßdehnung steigt auf 24 % und liegt damit um ein Vielfaches höher als in allen anderen getesteten Zuständen. Desweiteren ist eine ausgeprägte Lüdersdehnung zu erkennen, ein „yield-drop“, wie bei niedrigeren Wärmebehandlungstemperaturen, tritt dagegen nicht auf.

Alle untersuchten Zustände zeigen eine große Differenz zwischen Gleichmaßdehnung A_g und Bruchdehnung A_{3mm} , d.h. eine hohe plastische Dehnung im Bereich der Einschnürung, was auf ein duktils Bruchverhalten hindeutet. Dies wird durch die in den Abbildungen 4.46 und 4.47 dargestellten Bruchflächen bestätigt, die eine deutliche Dickenreduktion im Bereich der Einschnürung und Dimpel auf den Bruchflächen zeigen. Im spaltprofilierten Zustand sind insbesondere im Bereich der Flanschoberseite große Sekundärrisse zu erkennen (Pfeile in Abbildung 4.46), deren Rissebenen parallel zur Flanschoberseite und somit parallel zur Lage des Pancake Gefüges ausgerichtet sind. Wärmebehandlungen bei Temperaturen von bis zu 550 °C reduzieren sowohl die Ausdehnung der Sekundärrisse als auch deren Häufigkeit. Nach Wärmebehandlungen bei 600 °C treten keine Sekundärrisse mehr auf.

Tabelle 4.4: Mechanische Kennwerte aus Zugversuchen an ZStE500.

Position	Wärmebehandlung	R_e	R_m	A_g	A_{3mm}
Platine (CG)	-	450 MPa	498 MPa	6,9 %	39 %
Flansch	-	790 MPa	835 MPa	1,0 %	23 %
Flansch	1 h bei 450 °C	690 MPa	690 MPa	3,4 %	28 %
Flansch	1 h bei 500 °C	670 MPa	670 MPa	3,2 %	35 %
Flansch	1 h bei 550 °C	625 MPa	625 MPa	3,1 %	31 %
Flansch	1 h bei 600 °C	400 MPa	430 MPa	24 %	48 %

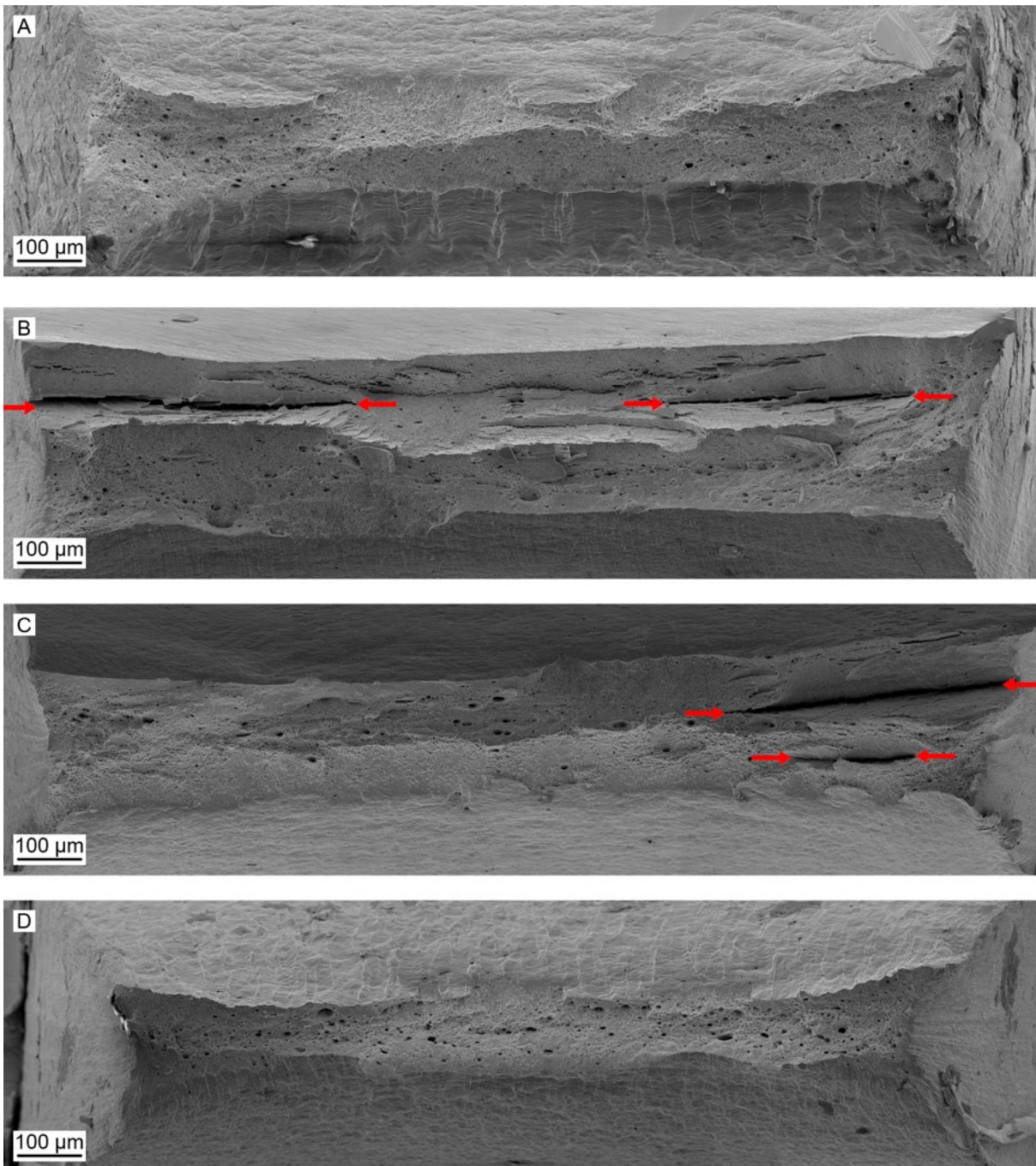


Abbildung 4.46: Übersichtsaufnahmen von Bruchflächen an Zugproben aus ZStE500 (Pfeile markieren Sekundärrisse), A) Anlieferungszustand (CG), B) Spaltprofiliert, C) Spaltprofiliert und 1 h bei 500 °C wärmebehandelt, D) Spaltprofiliert und 1 h bei 600 °C wärmebehandelt.

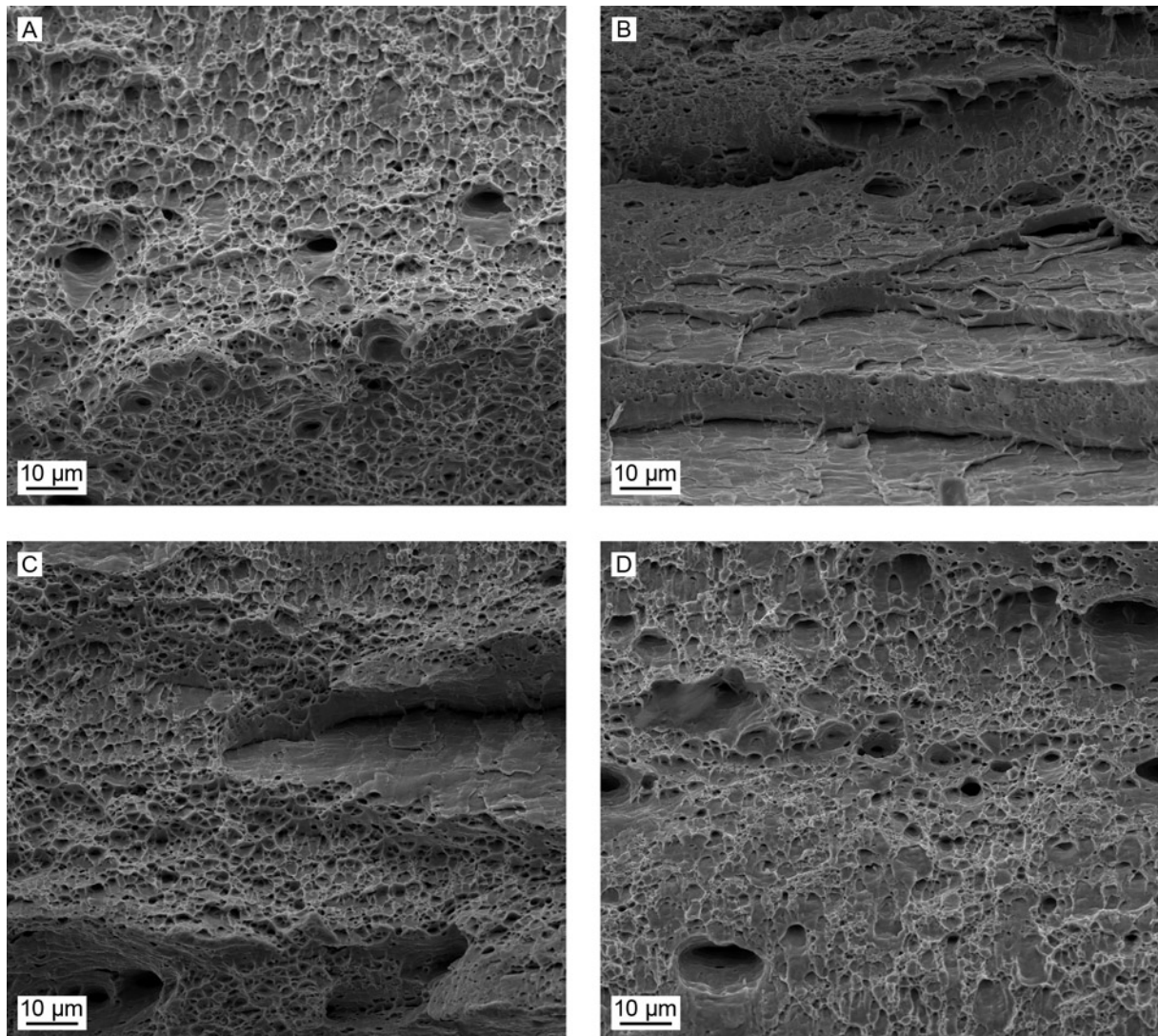


Abbildung 4.47: Detailaufnahmen von Bruchflächen an Zugproben aus ZStE500, A) Anlieferungszustand (CG), B) Spaltprofiliert, C) Spaltprofiliert und 1 h bei 500 °C wärmebehandelt, D) Spaltprofiliert und 1 h bei 600 °C wärmebehandelt.

4.4.4 Zugversuche DD11

Die Zugversuche an Proben aus dem gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen zeigen eine Steigerung der Streckgrenze und der Zugfestigkeit von $\sim 120\%$ (R_e) bzw. $\sim 75\%$ (R_m) gegenüber dem CG Zustand im unverformten Steg (Abbildung 4.48 und Tabelle 4.5). Nach Überschreiten der Zugfestigkeit, die bereits bei einer Dehnung $< 1\%$ erreicht ist, fällt die Spannung zunächst steil um ca. 50 MPa ab. Eine anschließende Stabilisierung der Spannung auf niedrigerem Niveau, wie sie häufig bei wärmebehandelten UFG Gefügen auftritt (vergleiche Abbildungen 2.13 und 4.45), ist jedoch nicht zu beobachten. Eine vergrößerte Darstellung der Spannungs-Dehnungs-Kurven befindet sich im Anhang (Abbildung A.6).

Nach Wärmebehandlung bei 500 °C für 1 h ist eine geringfügige Abnahme der Festigkeit um $\sim 5\%$ zu verzeichnen. Ein steiler Spannungsabfall nach Überschreiten der Zugfestigkeit ist ebenfalls zu erkennen, jedoch deutlich schwächer ausgeprägt als

im Ausgangszustand des gedünnten Stegs (Abbildung A.6). Eine Wärmebehandlung bei 600 °C für 1 h führt zu einem starken Abfall der Festigkeit unter das Niveau des unverformten Stegs (CG). Die Gleichmaß- und Bruchdehnung steigen gegenüber dem nicht wärmebehandelten Zustand deutlich an.

Die Bruchflächen von Zugproben aus DD11 Spaltbiegeprofilen zeigen, analog zu den Ergebnissen an ZStE500 Spaltprofilen, viele Sekundärrisse, deren Rissebenen parallel zur Lage des Pancake Gefüges ausgerichtet sind. Wärmebehandlungen bei 500 °C führen dazu, dass die Sekundärrisse ausrunden, wobei deren Höhe (Ausdehnung senkrecht zur Stegobersseite) zunimmt, während die Breite abnimmt (Abbildung 4.49). Bei Zugproben, die 1 h bei 600 °C wärmebehandelt wurden, nimmt die Anzahl und Ausdehnung der Sekundärrisse in der Bruchfläche gegenüber Wärmebehandlungen bei 500 °C deutlich ab.

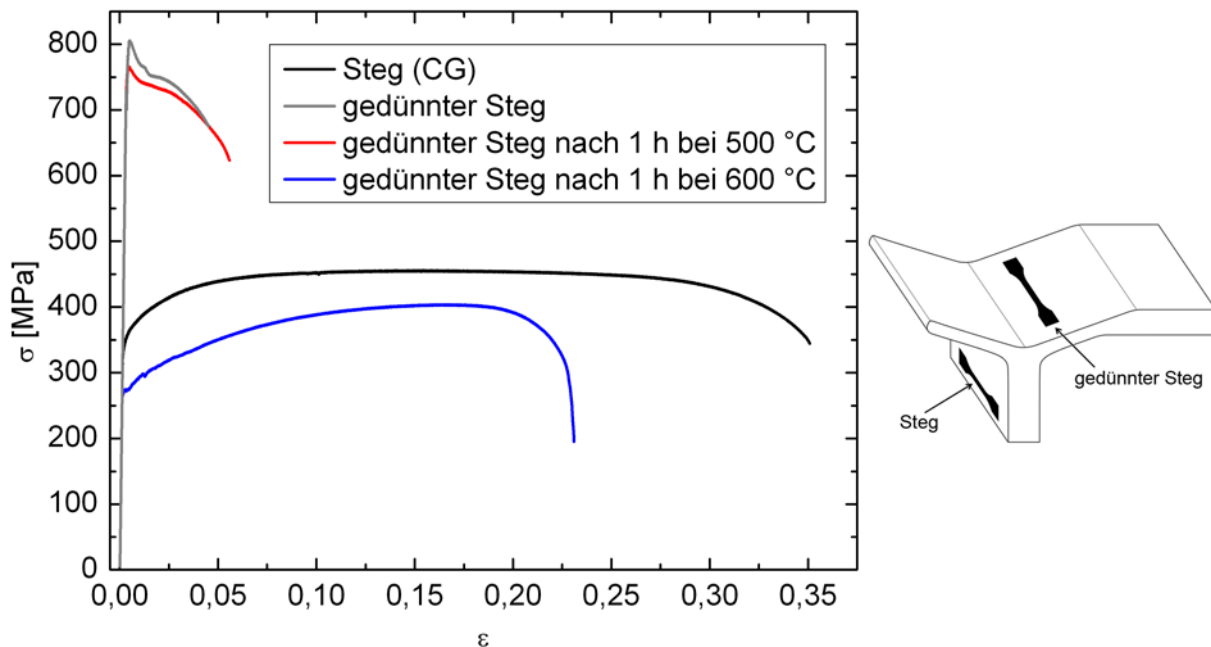


Abbildung 4.48: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven von DD11.

Tabelle 4.5: Mechanische Kennwerte aus Zugversuchen an ZStE500.

Position	Wärmebehandlung	R_e	R_m	A_g	A_{12mm}
Steg (CG)	-	350 MPa	455 MPa	17,5 %	35 %
gedünnter Steg	-	780 MPa	805 MPa	0,5 %	4,2 %
gedünnter Steg	1 h bei 500 °C	745 MPa	765 MPa	0,5 %	5,3 %
gedünnter Steg	1 h bei 600 °C	270 MPa	405 MPa	16,5 %	23 %

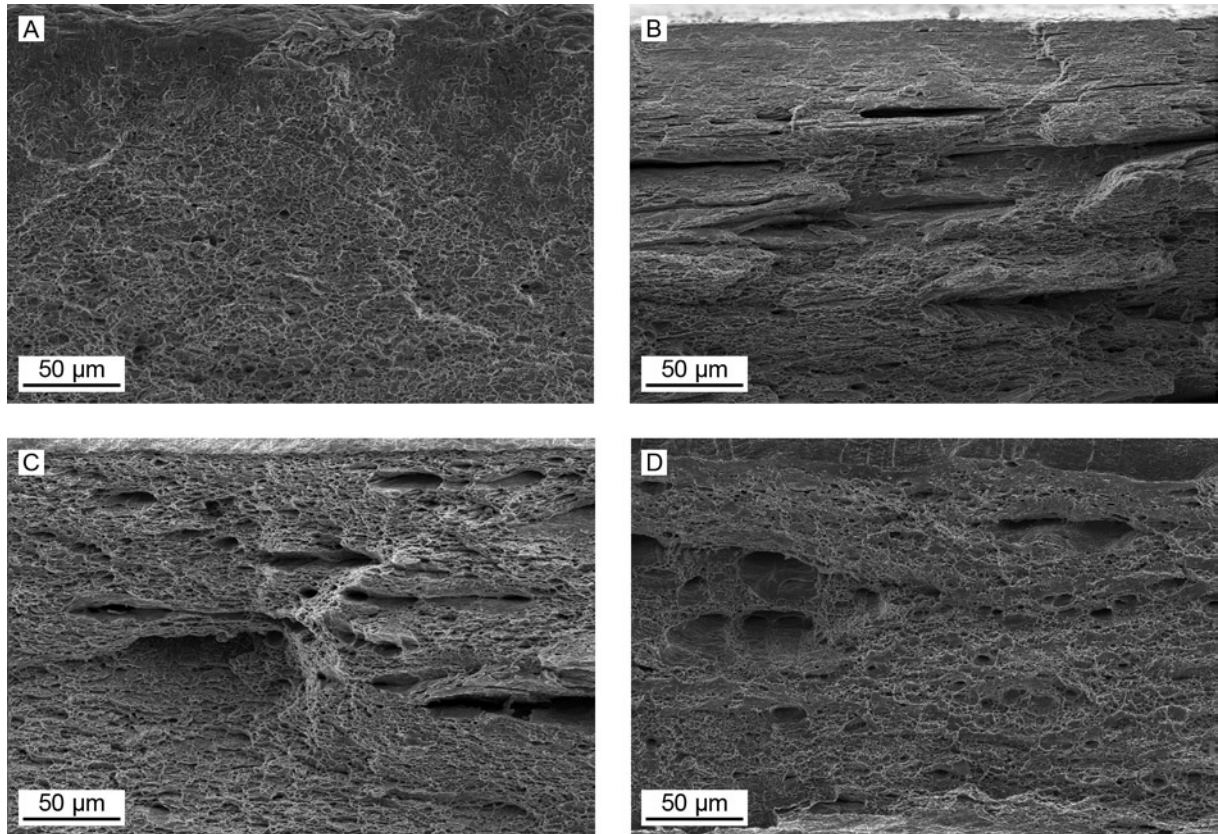


Abbildung 4.49: Bruchflächen an Zugproben aus DD11 – A) unverformter Steg, B) gedünnter Steg, C) gedünnter Steg und 1 h bei 500 °C wärmebehandelt, D) gedünnter Steg und 1 h bei 600 °C wärmebehandelt.

4.4.5 Ermüdung ZStE500

Die Ermüdungseigenschaften des Werkstoffs ZStE500 wurden im Bereich der Flanschoberseite von Spaltprofilen mit UFG Gradientengefüge und als Referenz im CG Anlieferungszustand bei zyklischer 3-Punkt-Biege-Belastung untersucht. Zur Berücksichtigung von fertigungsbedingten Abweichungen in der Probengeometrie wurde die Schwingbreite der Belastung ΔF über die Widerstandsmomente der idealen Geometrie I_{ideal} und der jeweiligen Probengeometrie I_{real} normiert:

$$\Delta F_{norm} = \Delta F \frac{I_{ideal}}{I_{real}} \quad \text{Gleichung 4.1}$$

Eine Auftragung der normierten Lastschwingbreiten über der Ermüdungslebensdauer stellt jedoch nur relative Änderungen dar und lässt keine Rückschlüsse auf die Höhe der Beanspruchung im Verhältnis zur statischen Festigkeit des Materials zu. Aus diesem Grund sind in Abbildung 4.50 neben den normierten Lastschwingbreiten zusätzlich die bei maximaler Last auftretenden Zugspannungen σ_{max} im Mittelpunkt der äußersten Faser aufgetragen. Diese wurden anhand der Balkentheorie aus der Maximallast F_{max} , dem unteren Auflagerabstand D , der Probenbreite B und der Probenhöhe H abgeschätzt:

$$\sigma_{max} = F_{max} \frac{3D}{2BH^2}$$

Gleichung 4.2

Die Auftragung der Ermüdungsergebnisse unter 3-Punkt-Biegung an ZStE500 zeigt, dass die ertragbaren Lastschwingbreiten des UFG Materials ca. 25 % höher liegen als die des CG Referenzmaterials (Abbildung 4.50). Dies gilt sowohl für Belastungen im Bereich der Zeitfestigkeit als auch für die Dauerfestigkeit.

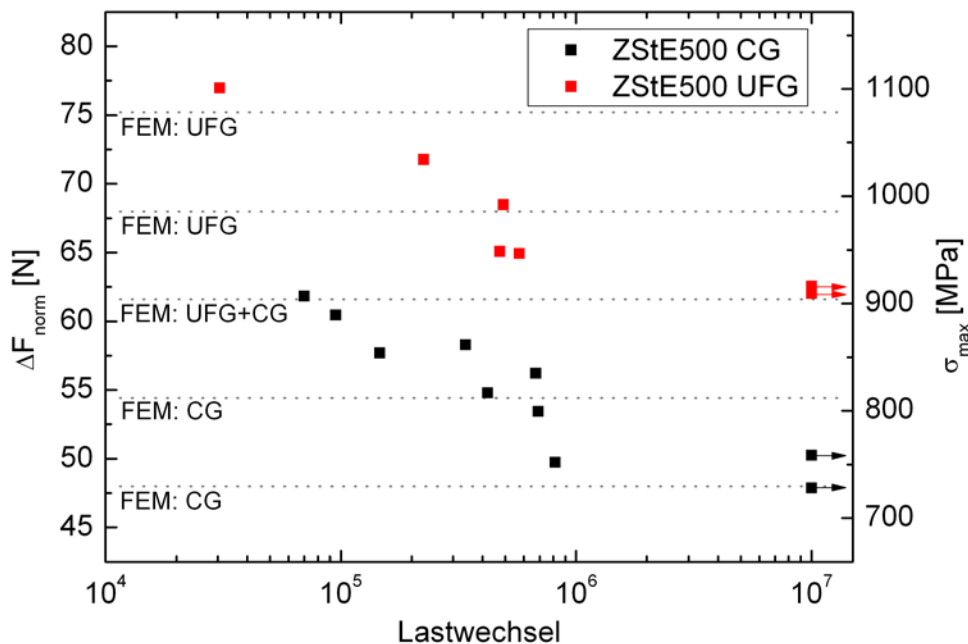


Abbildung 4.50: Normierte Lastschwingbreite und aus der Balkentheorie abgeschätzte Maximalspannung in äußerster Faser über der Bruchlastspielzahl von ZStE500 unter 3-Punkt-Biegung. Horizontale Linien markieren Lastamplituden die mittels FEM modelliert wurden.

Ein Vergleich der Durchläufer, d.h. der Proben die innerhalb von 10^7 Lastwechseln nicht versagten, zeigte eine deutliche Verformung der CG Proben, wohingegen die UFG Proben keine makroskopische Formänderung aufwiesen. Eine Änderung der Geometrie beeinflusst die Spannungsverteilung innerhalb der Probe und führt dazu, dass die Balkentheorie nicht mehr gültig ist. Somit ist ein direkter Vergleich anhand der Lastschwingbreiten oder der Maximalspannungen nicht zulässig. Die Abweichung gegenüber der Balkentheorie zeigt sich auch anhand der unrealistisch hohen Werte für σ_{max} im CG Zustand. So beträgt die maximale Spannung im Bereich der Dauerfestigkeit ca. 700 MPa und liegt damit deutlich oberhalb der Zugfestigkeit des Materials.

FEM Modellierung

Da eine Berechnung der Spannungen auf Basis der linear elastischen Balkentheorie bei plastischer Verformung der Biegebalken nicht mehr möglich ist, wurden FEM Berechnungen zur Ermittlung der Spannungsverteilungen durchgeführt. Es wurden für den UFG und CG Zustand jeweils drei Belastungsfälle mittels FEM modelliert, die

in Abbildung 4.50 als horizontale Linien eingetragen sind. Der niedrigste der drei Belastungsfälle entspricht jeweils der abgeschätzten Dauerfestigkeit. In der Simulation wurde bei allen Belastungsfällen zunächst die Maximallast F_{\max} des Lastzyklus aufgebracht und anschließend eine Reduzierung auf die Minimallast $F_{\min} = 0,2F_{\max}$ vorgenommen. Die Spannungsverteilungen der horizontalen Spannungskomponente wurden sowohl entlang der äußersten Faser (horizontal) als auch entlang der Vertikalen vom Kontaktpunkt des oberen Auflagers bis zur Probenunterseite ausgewertet.

Die in Abbildung 4.51 dargestellte horizontale Spannungsverteilung im CG Anlieferungszustand zeigt ausgehend von den unteren Auflagern in Richtung der Probenmitte zunächst den gemäß der Balkentheorie erwarteten linearen Anstieg. Der Spannungsanstieg bei Maximallast (durchgezogene Linien) flacht bei Erreichen von ca. 550 MPa stark ab und geht für alle drei Lastfälle annähernd in ein Plateau über. Dies resultiert aus der plastischen Verformung der Probe bei lokalem Überschreiten der Fließspannung und dem geringen Verfestigungsvermögen des Werkstoffs. Die makroskopische Verformung der Probe beeinflusst zudem die Spannungsverteilung bei anschließender Entlastung auf 20 % der jeweiligen Maximallast (unterbrochene Linien). So führt die lokale plastische Verformung zu Eigenspannungen in der Probe, die sich den Spannungen aus der äußeren Belastung überlagern. Da das Material entlang der äußeren Faser zuvor unter Zugspannungen in Faserrichtung plastisch gedehnt wurde, handelt es sich dabei um Druckeigenspannungen. Diese führen dazu, dass bei Minimallast die Spannung ausgehend von den äußeren Auflagern in Richtung der Probenmitte nicht kontinuierlich ansteigt sondern im plastisch verformten Bereich abfällt.

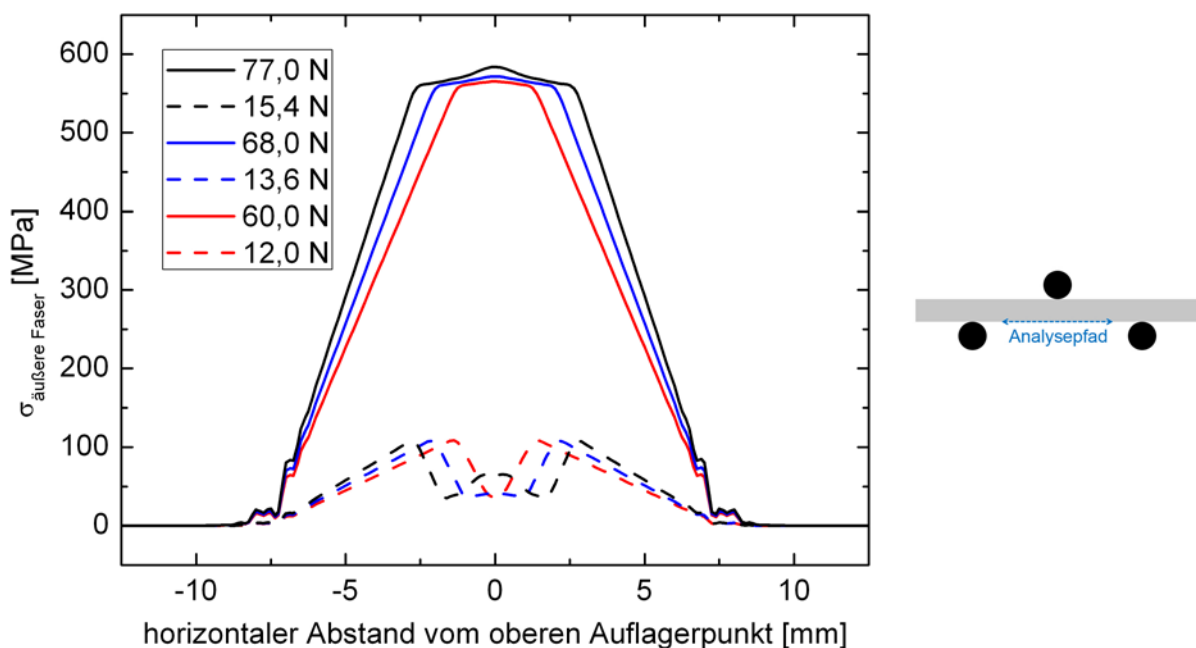


Abbildung 4.51: Horizontale Spannungsverteilungen entlang der äußersten Faser bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500 im CG Anlieferungszustand.

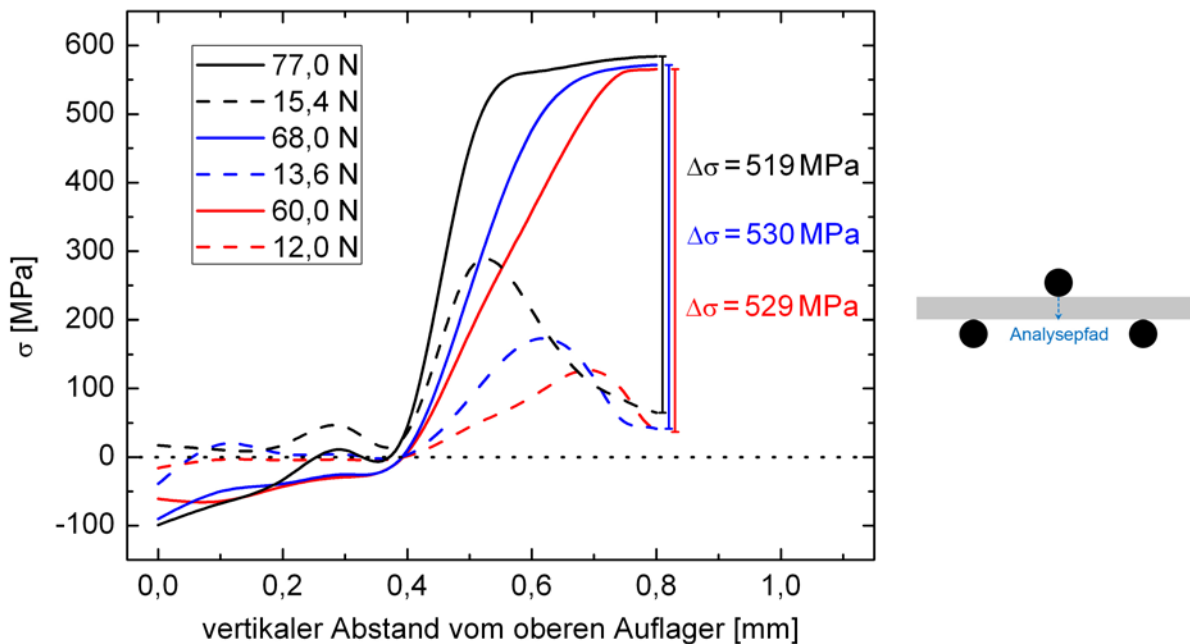


Abbildung 4.52: Vertikale Spannungsverteilungen vom Kontaktpunkt des oberen Auflagers zur Probenunterseite bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500 im CG Anlieferungszustand.

Die Spannungsverteilung entlang der Vertikalen unterhalb des Kontaktpunkts des oberen Auflagers zeigt die zunehmende Dicke des plastisch verformten Bereichs mit steigender Maximallast (Abbildung 4.52). Die Auswirkungen der Eigenspannungen sind auch in dieser Darstellung deutlich erkennbar und führen dazu, dass die höchsten Zugspannungen bei Minimallast im Probeninneren und nicht an der äußersten Faser vorliegen.

Überraschend ist, dass die Schwingbreite der Spannung an der Probenunterseite, d.h. im Mittelpunkt der äußersten Faser, für alle drei Lastfälle im Rahmen der Genauigkeit der FEM-Ergebnisse gleich ist. Da bei allen Lastfällen die Fließspannung im Mittelpunkt der äußersten Faser überschritten wird, unterscheiden sich die Maximalspannungen infolge des geringen Verfestigungsvermögens kaum, wodurch dieser Effekt prinzipiell nachvollziehbar ist.

Im Gegensatz zum CG Ausgangsmaterial zeigen die Spannungsverteilungen in den aus Spaltprofilflanschen entnommenen Proben mit UFG Gefüge an der Probenunterseite annähernd den anhand der Balkentheorie erwarteten Verlauf. So steigen die in Abbildung 4.53 dargestellten Spannungen entlang der äußersten Faser linear in Richtung der Probenmitte an, wobei die jeweiligen Maxima in guter Näherung den Abschätzungen aus der Balkentheorie entsprechen (vgl. Abbildung 4.50).

Die Schwingbreiten der Spannungen $\Delta\sigma$ im Mittelpunkt der äußersten Faser sind proportional zu den Lastschwingbreiten ΔF . Somit ist, wie in Tabelle 4.6 dargestellt, eine Umrechnung von Lastamplituden in Spannungsamplituden anhand eines konstanten Faktors $K = \Delta F / \Delta\sigma$ möglich. Die nur marginalen Abweichungen gegenüber der linear elastischen Balkentheorie führen dazu, dass der effektive R-Wert R_{eff} im UFG Zustand in guter Näherung dem nominellen R-Wert von 0,2 entspricht. Beides ist im CG Zustand nicht der Fall, d.h. R_{eff} ist deutlich geringer als 0,2 und das $\Delta F / \Delta\sigma$ Verhältnis weicht zwischen den einzelnen Lastfällen deutlich ab.

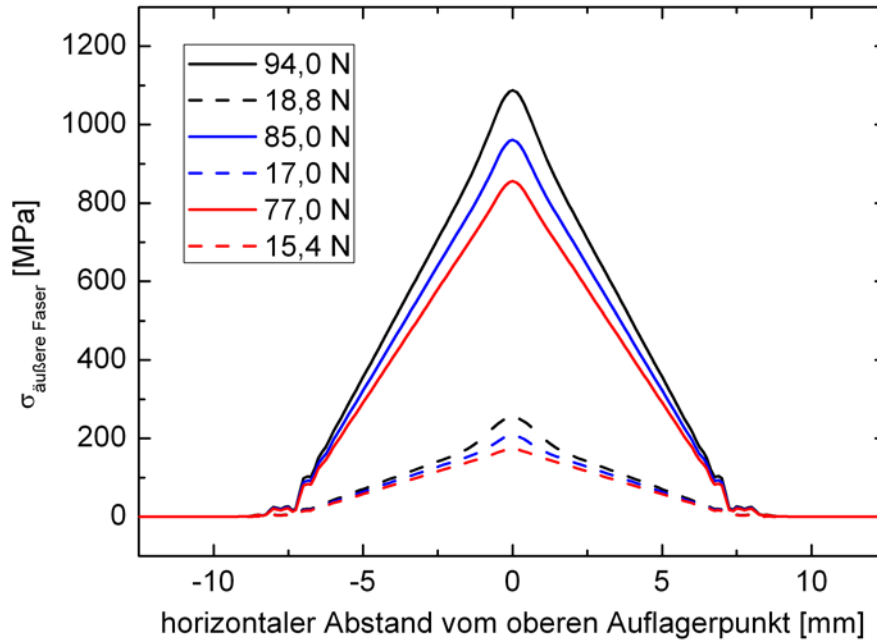


Abbildung 4.53: Horizontale Spannungsverteilungen entlang der äußersten Faser bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500 mit UFG Gradientengefüge (Spaltprofilflansch).

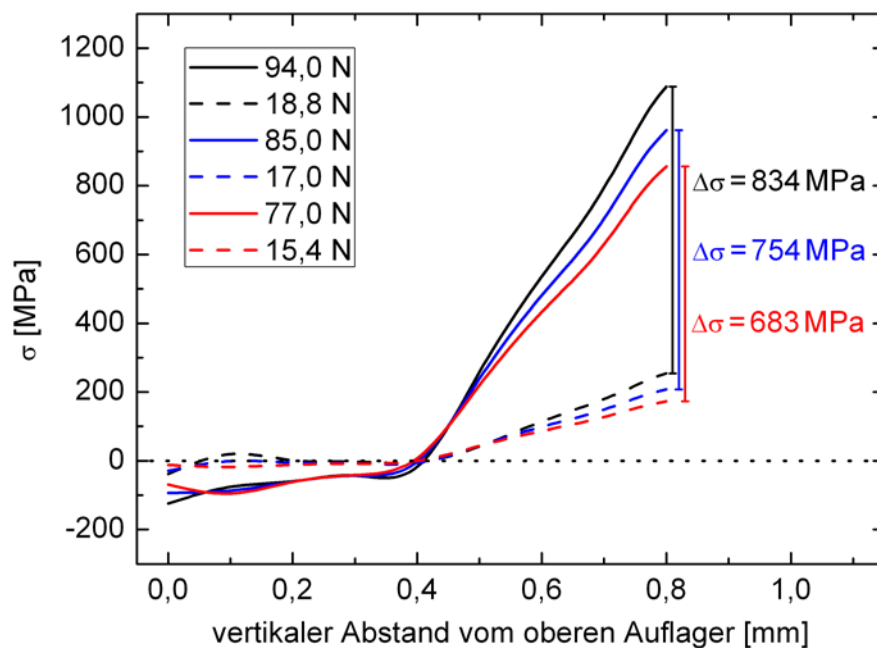


Abbildung 4.54: Vertikale Spannungsverteilungen vom oberen Auflagerpunkt zur Probenunterseite bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500 mit UFG Gradientengefüge (Spaltprofilflansch).

Die in den Abbildungen 4.55 und 4.56 dargestellten Bruchflächen des CG Anlieferungszustands und des UFG Gradientengefüges zeigen Ermüdungsrisse, deren Ursprung an der Oberfläche, d.h. im Bereich der maximalen Zugspannungen, liegt. In keiner der untersuchten Proben lag der Rissbildungsort im Bereich einer Kante. Im CG Zustand ist eine starke Verformung der Proben im Randbereich (Abbildung 4.55) zu erkennen, die auf eine Änderung der Geometrie des Querschnitts infolge der 3-Punkt-Biegebeanspruchung schließen lässt. Dieser Effekt tritt im UFG Zustand nicht auf. Im CG Anlieferungszustand verlaufen die Ermüdungsrisse unter Modus I, d.h. die Richtung

der Zugspannungen entspricht der Normalen der Rissebene. Im Bruchbild der Proben mit UFG Gradientengefüge sind Sekundärrisse in Richtung der Zugspannungen sowie ein Abknicken des Primärrisses aus dem Modus I zu erkennen.

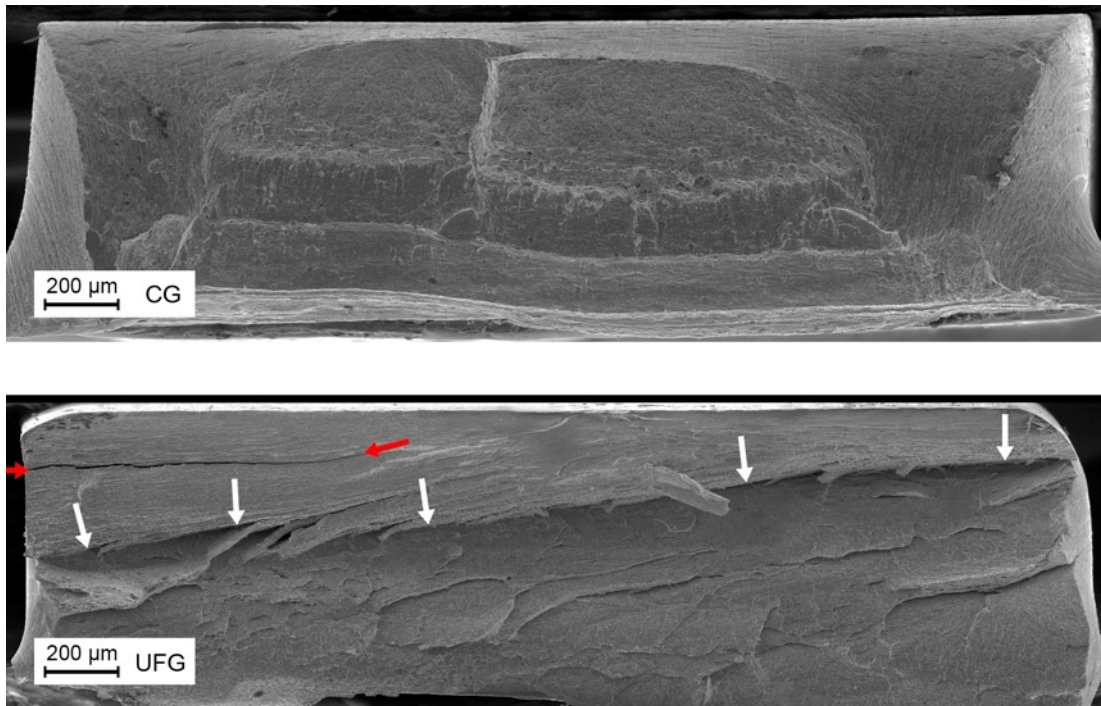


Abbildung 4.55: Ermüdungsbruchflächen an 3-Punkt-Biege-Proben aus ZStE500 mit CG Gefüge und UFG Gradientengefüge. Die maximal belastete äußere Faser entspricht jeweils der Oberseite. Rote Pfeile markieren Sekundärrisse, weiße Pfeile markieren Abweichungen des Primärrisses von Modus I Rissausbreitung.

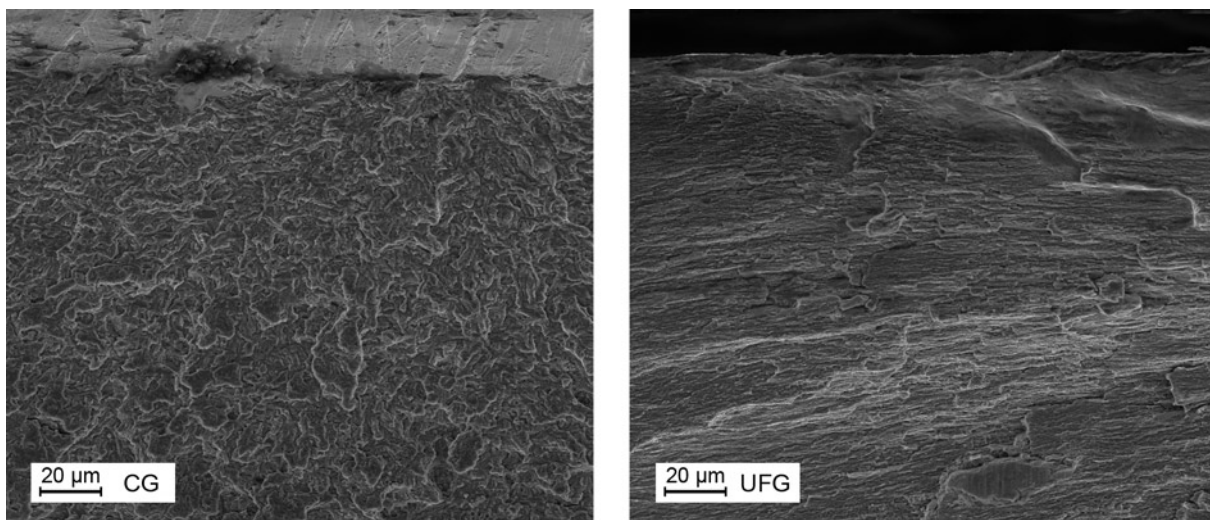


Abbildung 4.56: Detailaufnahmen der Ermüdungsbruchflächen im Bereich der Rissbildungsorte an 3-Punkt-Biege-Proben aus ZStE500 mit CG Gefüge und UFG Gradientengefüge.

Tabelle 4.6: Kenngrößen der verschiedenen Belastungsfälle bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500.

Zustand	Belastung	ΔF	$\Delta \sigma_{FEM}$	$K = \Delta F / \Delta \sigma$	R_{eff}
CG	15,4 – 77 N	61,6 N	519 MPa	0,119 mm ²	0,11
CG	13,6 – 68 N	54,4 N	530 MPa	0,103 mm ²	0,07
CG	12,0 – 60 N	48,0 N	529 MPa	0,091 mm ²	0,06
UFG Gradient	18,8 – 94 N	75,2 N	834 MPa	0,090 mm ²	0,23
UFG Gradient	17,0 – 85 N	68,0 N	754 MPa	0,090 mm ²	0,22
UFG Gradient	15,4 – 77 N	61,6 N	683 MPa	0,090 mm ²	0,20

4.4.6 Ermüdung DD11

Im Gegensatz zum Werkstoff ZStE500 lagen für den Werkstoff DD11 im CG Zustand keine Ermüdungskennwerte für Zug-Druck-Wechselbeanspruchung ($R = -1$) vor, die für die Erstellung eines Dauerfestigkeitsschaubilds nach Smith notwendig sind. Daher wurde die Dauerfestigkeit des CG Zustands mittels Umlaufbiegung an Proben aus dem unverformten Steg ermittelt.

Abbildung 4.57 zeigt, dass die Dauerfestigkeit im CG Zustand unter Umlaufbiegung bei einer Spannungsamplitude $\Delta \sigma / 2 \approx 250$ MPa liegt, was ca. 55 % der Zugfestigkeit entspricht.

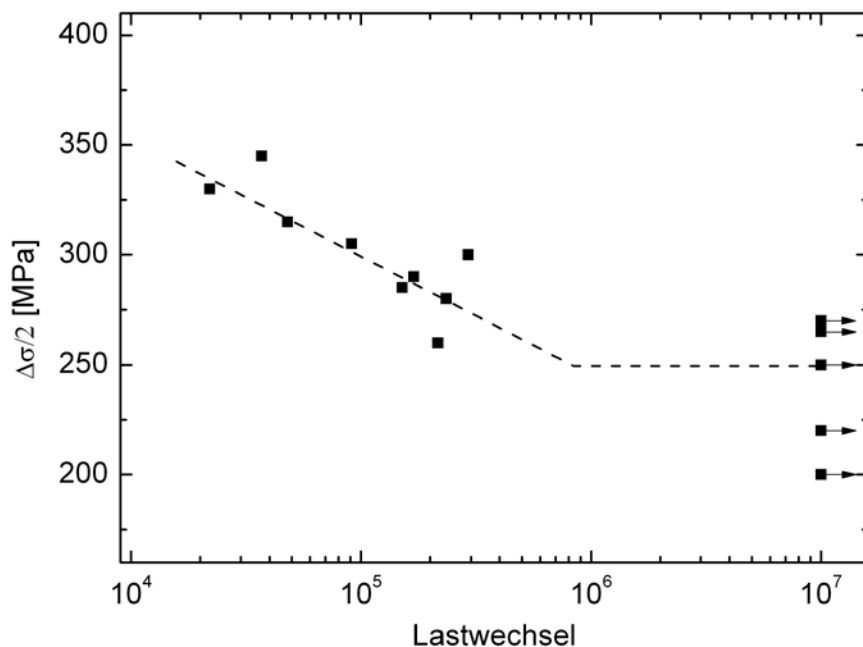


Abbildung 4.57: Wöhler-Linie des Werkstoffs DD11 im CG Zustand (unverformter Steg) unter Umlaufbiegebeanspruchung ($R = -1$).

Die Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen aus DD11 wurden im Bereich der Stegobenseite von Spaltbiegeprofilen mittels 3-Punkt-Biegung untersucht. Als Referenz für die Ermüdungseigenschaften des CG Zustands bei gleichem R-Wert wurden 3-Punkt-Biege-Proben aus dem unverformten Steg entnommen. Ein Teil

der 3-Punkt-Biege-Proben mit UFG Gradientengefüge wurde vor der Ermüdung einer Wärmebehandlung bei 500 °C für 1 h unterzogen. Zur Berücksichtigung von fertigungsbedingten Abweichungen in der Probengeometrie wurde die Schwingbreite der Belastung ΔF analog zu den Versuchen an ZStE500 über die Widerstandsmomente der idealen Geometrie I_{ideal} und der jeweiligen Probengeometrie I_{real} normiert (Gleichung 4.1).

Die Auftragung der Ermüdungsergebnisse der drei verschiedenen Zustände in Abbildung 4.58 zeigt, dass die ertragbaren Lastschwingbreiten des UFG Zustands im Bereich der Dauerfestigkeit annähernd dem Zweifachen des CG Zustands entsprechen. Die wärmebehandelten UFG Proben ertragen bei vergleichbarer Lebensdauer etwa 10 % geringere Lastschwingbreiten als die unbehandelten UFG Proben und liegen damit ebenfalls deutlich oberhalb des Ausgangsmaterials. Weiterhin ist auffällig, dass beide UFG Zustände im Vergleich zum CG Zustand einen flacheren Verlauf der Wöhlerkurven zeigen, d.h. die Lastschwingbreiten steigen zu kürzeren Lebensdauern nur geringfügig an.

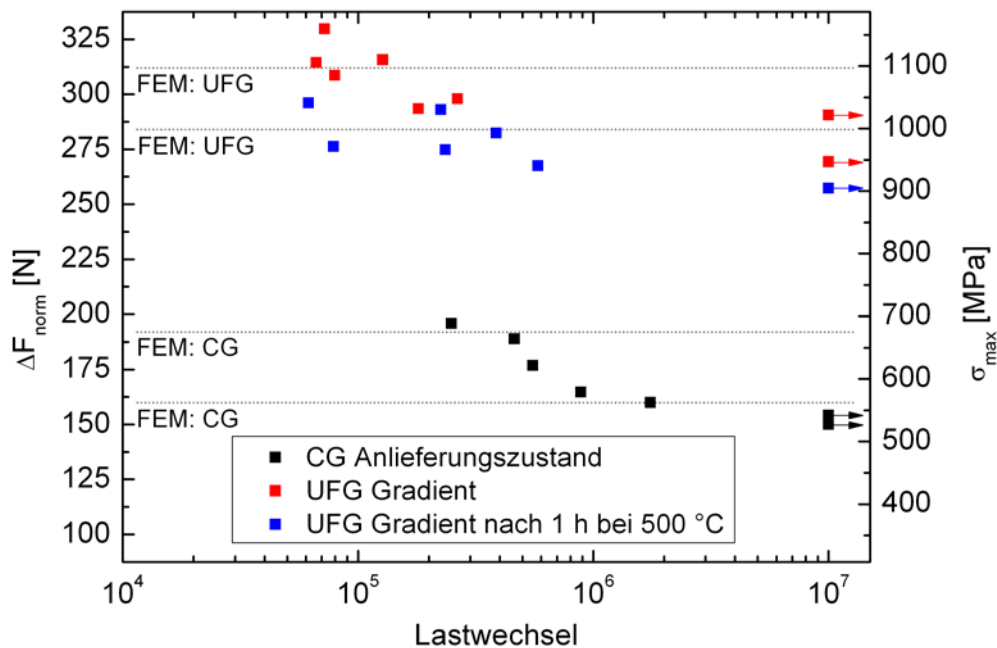


Abbildung 4.58: Normierte Lastschwingbreite und aus der Balkentheorie abgeschätzte Maximalspannung in äußerster Faser über der Bruchlastspielzahl von DD11 unter 3-Punkt Biegung. Horizontale Linien markieren Lastamplituden die mittels FEM modelliert wurden.

FEM Modellierung

Zur Ermittlung der Spannungsverteilung wurden für den UFG Gradienten und den CG Referenzzustand jeweils zwei Belastungsfälle mittels FEM modelliert, die in Abbildung 4.58 als horizontale Linien eingetragen sind. Der niedrigere der beiden Belastungsfälle entspricht jeweils annähernd der abgeschätzten Dauerfestigkeit. In der Simulation wurde bei allen Belastungsfällen zunächst die Maximallast F_{max} des Lastzyklus aufgebracht und anschließend eine Reduzierung auf die Minimallast $F_{\text{min}} = 0,2F_{\text{max}}$ vorgenommen. Die

Spannungsverteilungen der horizontalen Spannungskomponente wurden sowohl entlang der äußersten Faser (horizontal) als auch entlang der Vertikalen vom Kontaktpunkt des oberen Auflagers bis zur Probenunterseite ausgewertet.

Die horizontale Spannungsverteilung im CG Referenzzustand zeigt ausgehend von den unteren Auflagern in Richtung der Probenmitte zunächst den gemäß der Balkentheorie erwarteten linearen Anstieg (Abbildung 4.59). Der Spannungsanstieg bei Maximallast (durchgezogene Linien) flacht bei Erreichen von ca. 320 MPa über eine Breite von 2 mm ab und wird dann in Richtung Probenmitte erneut steiler. Dieser Effekt resultiert aus der plastischen Verformung der Probe bei lokalem Überschreiten der Fließspannung und der anschließenden Verfestigung des Werkstoffs. Im Gegensatz zum Werkstoff ZStE500 unterscheiden sich die Maxima der beiden simulierten Lastfälle jedoch deutlich. Die Spannungsverteilung bei anschließender Entlastung auf 20 % der jeweiligen Maximallast (unterbrochene Linien) wird auch beim DD11 durch die lokale plastische Verformung und daraus resultierende Druckeigenspannungen beeinflusst. Dadurch fällt die Spannung im plastisch verformten Bereich ab und zeigt nicht den nach der Balkentheorie zu erwartenden kontinuierlichen Anstieg, obwohl die Belastung weit unterhalb der Fließspannung liegt.

Die Spannungsverteilung entlang der Vertikalen unterhalb des Kontaktpunkts des oberen Auflagers zeigt analog zum ZStE500, dass die höchsten Zugspannungen bei Minimallast im Probeninneren und nicht an der äußersten Faser vorliegen. Die Schwingbreite der Spannung unterscheidet sich zwischen den beiden Lastfällen jedoch deutlich. Obwohl die berechneten Spannungsverläufe von der Balkentheorie abweichen, entspricht die Zunahme der Spannungsamplitude vom niedrigeren zum höheren Lastfall (18,3 %) annähernd dem Anstieg der Lastschwingbreite (20 %).

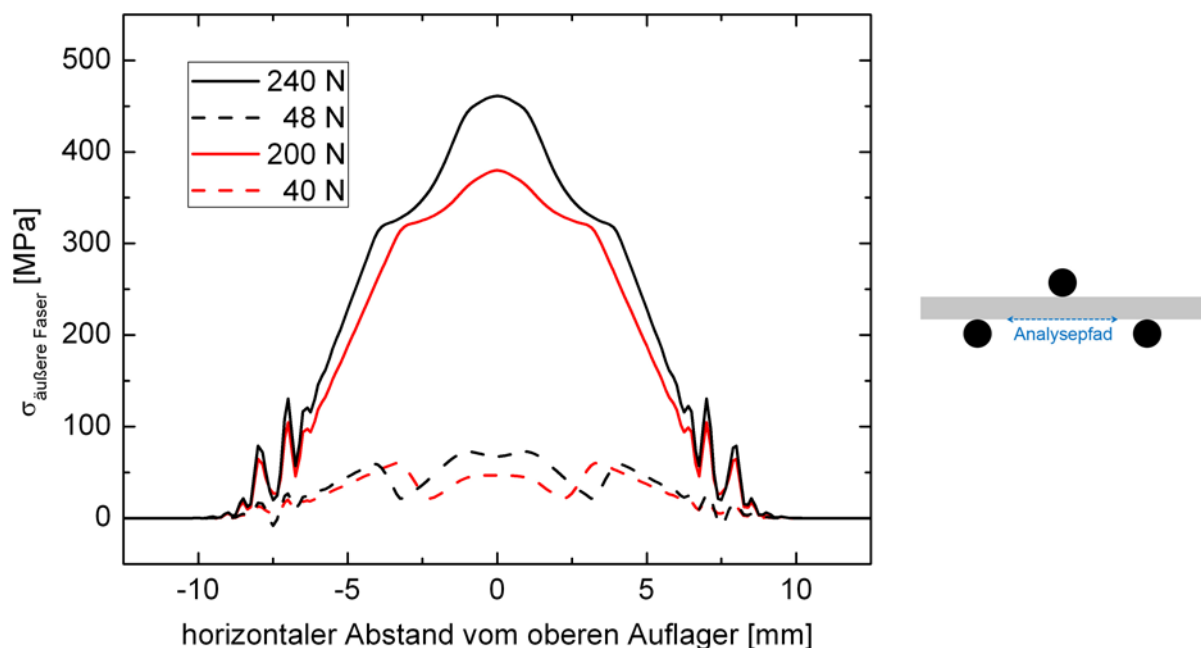


Abbildung 4.59: Horizontale Spannungsverteilungen entlang der äußersten Faser bei 3-Punkt-Biegung von DD11 im CG Anlieferungszustand (unverformter Steg).

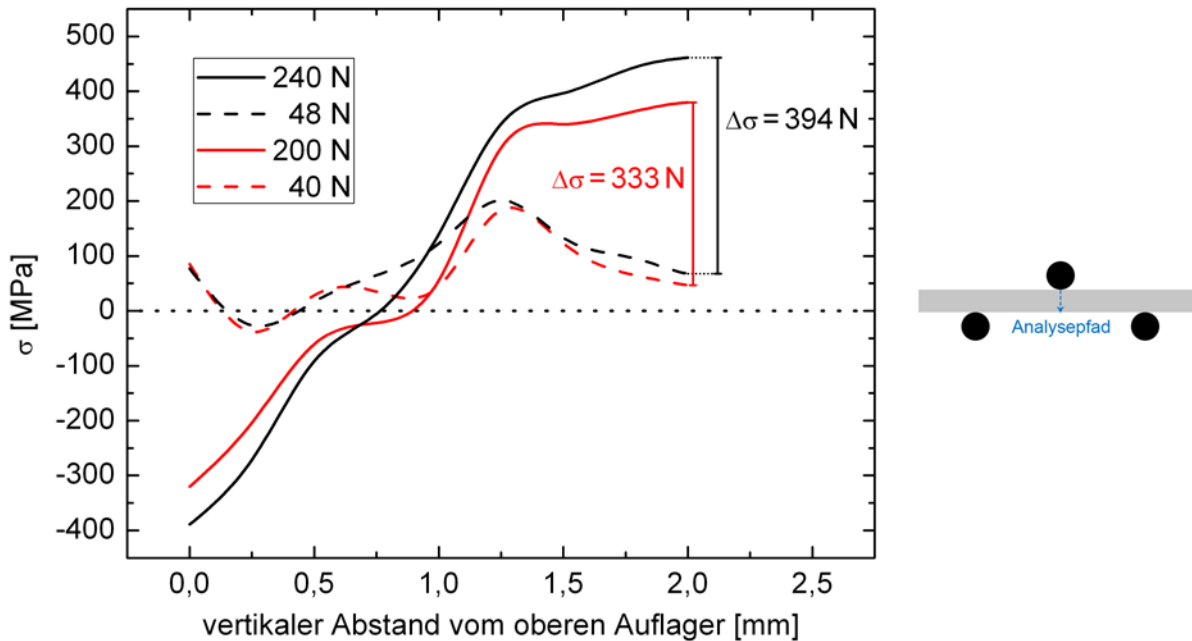


Abbildung 4.60: Vertikale Spannungsverteilungen vom Kontaktpunkt des oberen Auflagers zur Probenunterseite bei 3-Punkt-Biegung von DD11 im CG Anlieferungszustand (unverformter Steg).

Die Spannungsverteilungen in den Proben aus DD11 mit UFG Gradientengefüge zeigen in guter Näherung den gemäß der Balkentheorie erwarteten Verlauf (Abbildungen 4.61 und 4.62). Die Spannungen steigen entlang der äußersten Faser annähernd linear in Richtung der Probenmitte an, wobei die jeweiligen Maxima in guter Näherung den Abschätzungen aus der Balkentheorie entsprechen (vgl. Abbildung 4.58).

Die Schwingbreiten der Spannungen $\Delta\sigma$ im Mittelpunkt der äußersten Faser sind im UFG Zustand proportional zu den normierten Lastschwingbreiten ΔF_{norm} (Tabelle 4.7). Somit ist, sowohl für den CG als auch für den UFG Zustand, eine Umrechnung von Lastamplituden in Spannungsamplituden anhand eines Faktors $K = \Delta F / \Delta\sigma$ möglich, wobei sich für den UFG und CG Zustand jeweils unterschiedliche Werte für K ergeben.

Die Ermüdungsbruchflächen des CG Anlieferungszustands zeigen eine Ausbreitung der Ermüdungsrisse unter Modus I., d.h. die Richtung der Zugspannungen entspricht der Normalen der Rissebene. Im Bruchbild der Proben mit UFG Gradientengefüge ohne Wärmebehandlung sind viele Sekundärrisse in Richtung der Zugspannungen sowie ein Abknicken des Primärrisses aus dem Modus I zu erkennen. Die vor der Ermüdung wärmebehandelten Proben mit UFG Gradientengefüge weisen ebenfalls vereinzelte Sekundärrisse auf. Eine ausgeprägte Rissablenkung oder Rissverzweigung ist jedoch nicht zu beobachten.

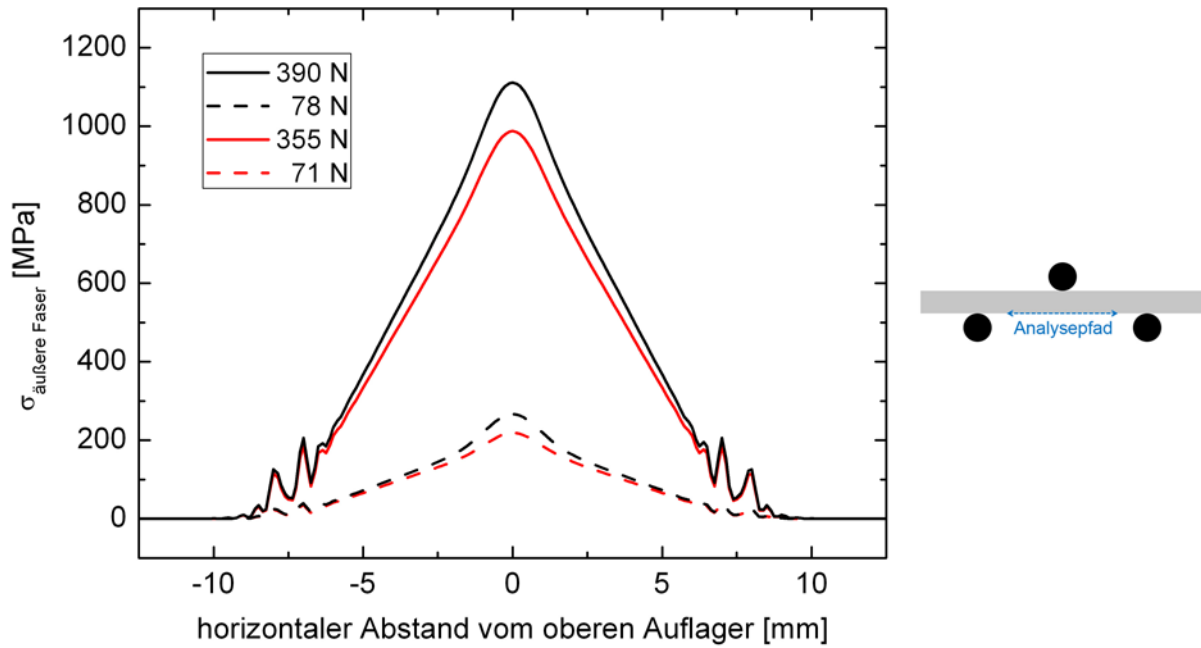


Abbildung 4.61: Horizontale Spannungsverteilungen entlang der äußersten Faser bei 3-Punkt-Biegung von DD11 mit UFG Gradientengefüge (gedünnter Steg).

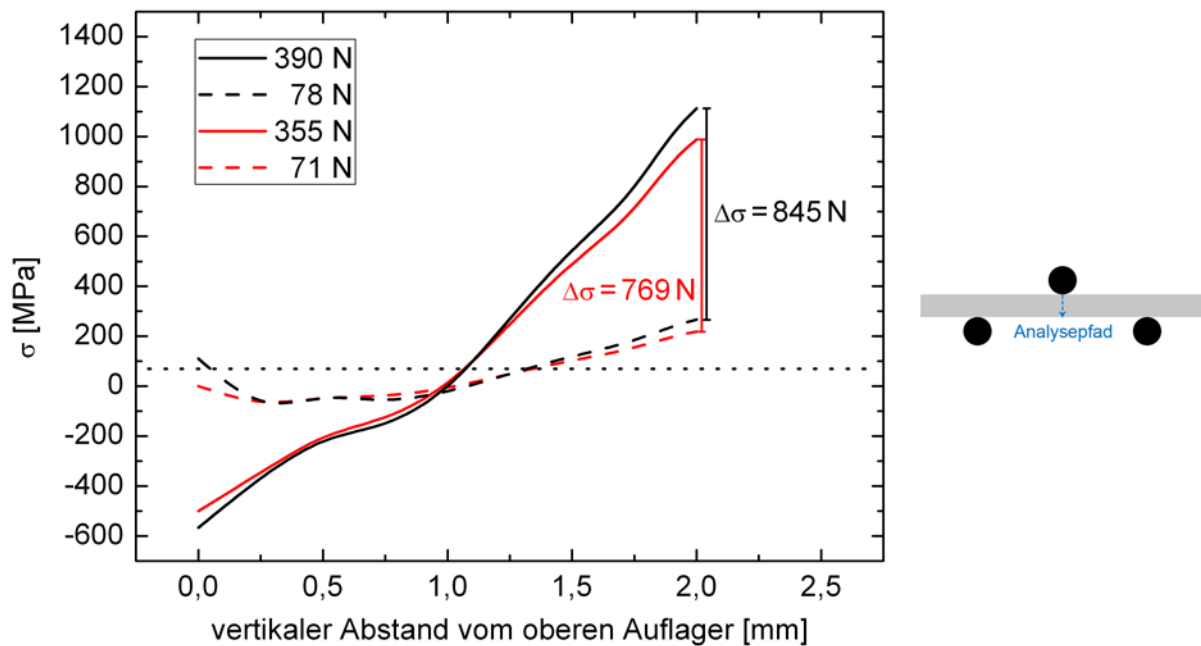


Abbildung 4.62: Vertikale Spannungsverteilungen vom Kontaktpunkt des oberen Auflagers zur Probenunterseite bei 3-Punkt-Biegung von DD11 mit UFG Gradientengefüge (gedünnter Steg).

Tabelle 4.7: Kenngrößen der verschiedenen Belastungsfälle bei 3-Punkt-Biegung von ZStE500.

Zustand	Belastung	ΔF	$\Delta\sigma_{\text{FEM}}$	$K = \Delta F / \Delta\sigma$	R_{eff}
CG	48 – 240 N	192 N	394 MPa	0,487 mm ²	0,15
CG	40 – 200 N	160 N	333 MPa	0,480 mm ²	0,12
UFG Gradient	78 – 390 N	312 N	845 MPa	0,369 mm ²	0,24
UFG Gradient	71 – 355 N	284 N	769 MPa	0,369 mm ²	0,22

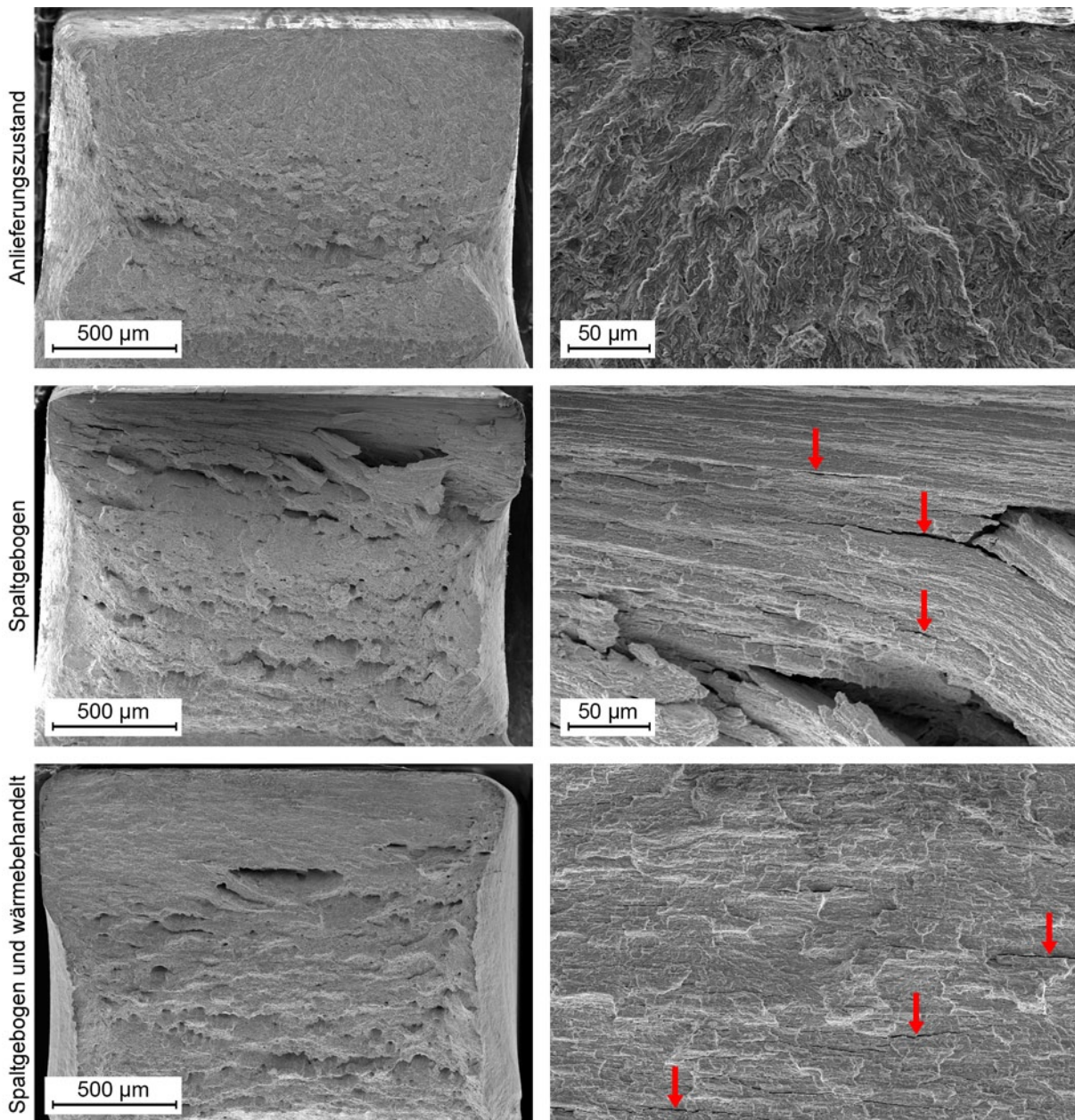


Abbildung 4.63: Ermüdungsbruchflächen von 3-Punkt-Biege-Proben aus DD11 (Pfeile markieren Sekundärrisse). Die maximal belastete äußere Faser entspricht jeweils der Oberseite.

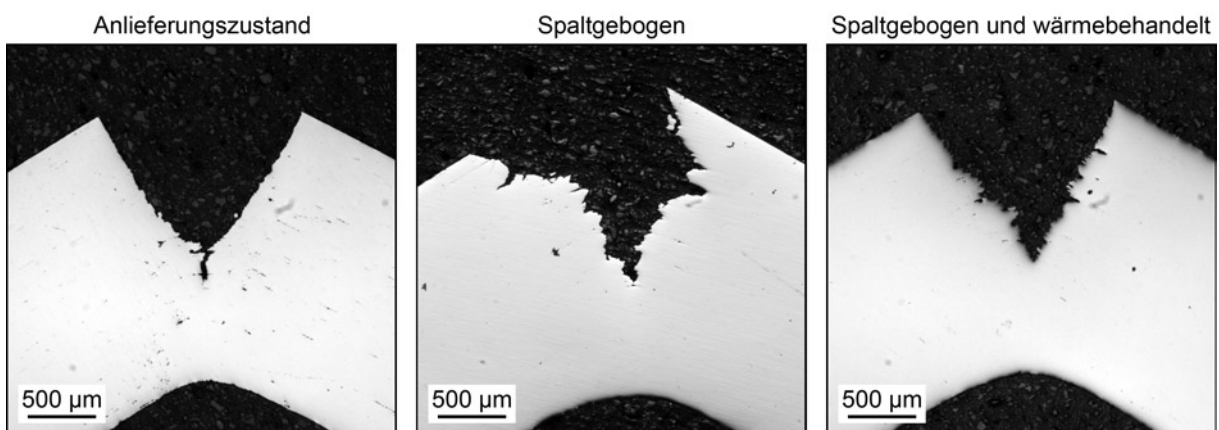


Abbildung 4.64: Längsschliffe durch 3-Punkt-Biegeproben aus DD11 mit Ermüdungsrissen.

5 Diskussion

5.1 Thermische Stabilität von UFG Gradientengefügen

Die bei Wärmebehandlungen von UFG Gradientengefügen in Spaltprofilen aus ZStE500 ablaufenden Prozesse können in drei Kategorien unterteilt werden, die in erster Näherung nur von der Temperatur der Wärmebehandlung T_{WB} abhängig sind.

A) Erholung ohne Kornwachstum ($300\text{ °C} < T_{WB} < 450\text{ °C}$)

Bei Wärmebehandlungstemperaturen oberhalb 300 °C ist eine Abnahme der Härte im Gradienten zu verzeichnen. Dieser Effekt ist nahe der Flanschoberseite, d.h. im Bereich der höchsten Härte bzw. der geringsten Korngröße am stärksten ausgeprägt. Die Härteabnahme korreliert dabei nicht mit der Korngröße (Hall-Petch), da messbares Kornwachstum erst ab Temperaturen von 450 °C auftritt, wobei der Wachstumsexponent bei 450 °C mit $N \approx 0,03$ sehr gering ist. Desweiteren ist die Härte nach Wärmebehandlungen bis 450 °C weitgehend unabhängig von der Dauer der Wärmebehandlung, so dass zeitabhängige Prozesse wie Kornwachstum als primäre Ursache der Härteabnahme auszuschließen sind.

Diese Ergebnisse sprechen für Erholungsprozesse als Ursache der Härteabnahme, d.h. für einen Abbau der Versetzungsdichte oder eine Umlagerung von Versetzungen. Zwar sind Erholungsprozesse ebenfalls zeitabhängig, aber durch einen stark abklingenden Verlauf gekennzeichnet [GOT07], was in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Härtemessungen liegt. So ist die nach 10 h bei 450 °C beobachteten Härteabnahme nahe der Flanschoberseite bereits nach 2 min zu 70 % abgeschlossen. Die Härte zeigt (bei konstanter Korngröße) aber nur den Effekt der Erholung auf die Festigkeit und ist kein Maß für den Erholungsgrad, d.h. die relative Abnahme der Versetzungsdichte im Gefüge. Der in Richtung der Flanschoberseite zunehmende Effekt der Erholung auf die Härte deutet absolut betrachtet auf eine stärkere Abnahme der Versetzungsdichte hin und legt nahe, dass neben dem Korngrößengradient auch ein Gradient der Versetzungsdichte vorliegt.

B) Erholung und kontinuierliches Kornwachstum ($450\text{ °C} < T_{WB} < 550\text{ °C}$)

Im Temperaturbereich von 450 °C bis 550 °C tritt neben einer Erholung auch ein Anstieg der Korngröße auf, der abhängig von der Temperatur und Dauer der Wärmebehandlung ist. Dabei steigen die Kornwachstumsraten, die das Kornwachstum gemäß Gleichung 2.18 beschreiben, mit zunehmender Temperatur von $N \approx 0,03$ bei 450 °C auf $N \approx 0,15$ bei 550 °C an.

$$d^{1/N} - d_0^{1/N} = K_0 t^n \exp\left(-\frac{Q_{kw}}{RT}\right)$$

Gleichung 2.18

Der kontinuierliche Anstieg der Korngröße über ein breites Zeitintervall spricht gegen eine primäre Rekristallisation, die typischerweise nach einer Inkubationszeit sehr schnell vollständig abläuft.

Mit Ausnahme eines stärkeren Kornwachstums 50 μm unterhalb der Flanschoberseite (Abbildung 4.9) erfolgt die Vergrößerung homogen über den Gefügegradienten. Die absolute Differenz zwischen minimaler und maximaler Korngröße im Gradienten ändert sich nur geringfügig, wobei die relative Differenz mit zunehmender Korngröße zwangsläufig abnimmt.

Die Ergebnisse der Texturanalyse zeigen, dass die Intensität einzelner Komponenten mit zunehmender Temperatur ansteigt. Dieser Effekt ist bei der gedrehten Würfellage nahe der Flanschoberseite am stärksten ausgeprägt. Die für eine primäre Rekristallisation von ferritischen Stählen typische Texturentwicklung (Stärkung der γ -Faser und Schwächung der α -Faser) wird dagegen nicht beobachtet. Ein bevorzugtes Wachstum von Körnern in gedrehter Würfellage auf Kosten von Körnern in γ -Faser Lage kann nach Song et al. auf die höhere gespeicherte Energie von Körnern in γ -Faser Lage zurückgeführt werden [SON05a]. Folglich ist das selektive Kornwachstum ein Indikator für dehnungsinduzierte Korngrenzmigration.

Die Entwicklung der Korngröße, der Gefügemorphologie und der Textur zeigen somit, dass im Temperaturbereich von $450\text{ °C} < T_{\text{WB}} < 550\text{ °C}$ keine primäre Rekristallisation sondern eine Kombination aus kontinuierlichem Kornwachstum und dehnungsinduzierter Korngrenzmigration abläuft.

C) Diskontinuierliches Kornwachstum ($T_{\text{WB}} > 550\text{ °C}$)

Im Gegensatz zu den zuvor genannten Prozessen bei niedrigeren Temperaturen (Erholung und Kornwachstum) laufen ab 550 °C lokal unterschiedliche Prozesse ab. So lässt sich der Gradient bei 550 °C in zwei Bereiche mit kontinuierlichem und diskontinuierlichem Kornwachstum unterteilen, deren Übergang im Abstand von ca. $200\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite liegt. Im Bereich nahe der Flanschoberseite wird im untersuchten Zeitraum (bis 10 h) kein diskontinuierliches Kornwachstum beobachtet, wogegen im Bereich $> 200\text{ }\mu\text{m}$ unterhalb der Flanschoberseite nach 4 h vereinzelt diskontinuierlich anwachsende Körner zu beobachten sind. Bei 600 °C verschiebt sich der Übergang zwischen diskontinuierlichem und kontinuierlichem Kornwachstum auf etwa $150\text{ }\mu\text{m}$ unterhalb der Flanschoberseite. Zusätzlich tritt auch in einem schmalen Bereich unmittelbar an der Flanschoberseite diskontinuierliches Kornwachstum auf (Abbildung 4.8).

Inwiefern es sich bei dem diskontinuierlichen Kornwachstum um eine primäre oder sekundäre Rekristallisation handelt, lässt sich anhand der vorliegenden Ergebnisse nicht eindeutig bestimmen. Bei 550 °C sprechen die langen Inkubationszeiten eher für eine sekundäre Rekristallisation. Während der Inkubationszeit ist eine ausgeprägte Erholung

und kontinuierliches Kornwachstum zu beobachten, weshalb davon auszugehen ist, dass die Triebkraft für eine primäre Rekristallisation (Abbau der Versetzungsdichte) stark abnimmt. Neben den Härtemessungen spricht auch der ausgeprägte „yield-drop“ in Zugversuchen nach Wärmebehandlung für 1 h bei 550 °C (Abbildung 4.43) für eine niedrige Versetzungsdichte, da dieser Effekt auf das Fehlen von mobilen Versetzungen und aktiven Versetzungsquellen hinweist [KAM09].

Die Texturentwicklung liefert keine eindeutigen Hinweise bezüglich der ablaufenden Rekristallisation. Im Bereich der höchsten Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum (d.h. zwischen 50 µm und 150 µm unterhalb der Flanschoberseite) wäre eine Separation zwischen primärer und sekundärer Rekristallisation aufgrund der klaren Walztextur im Anlieferungszustand theoretisch möglich. Jedoch tritt in diesem Bereich bis 600 °C nur kontinuierliches Kornwachstum auf. Für den Bereich unmittelbar an der Flanschoberseite ist keine Aussage möglich, da die resultierende Korngröße zu groß ist, um in EBSD Messungen eine ausreichende Statistik zu gewährleisten. Im CG-Bereich des Gradientengefüges entspricht die Ausgangstextur dagegen keiner bekannten Verformungstextur, so dass nicht absehbar ist auf welchem Prozess die Änderung der Textur beruht.

Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum

Die zunehmende Intensität der gedrehten Würfellage und abnehmende Intensität entlang der γ -Faser zeigt Parallelen zu der Arbeit von Song et al. an einem bei 550 °C wärmebehandelten UFG Stahl mit fein verteilten Fe_3C -Partikeln [SON05a]. Wie bereits in Abschnitt 2.7 dargestellt, kann die Intensitätszunahme entlang der α -Faser auf Kosten der γ -Faser auf eine ausgeprägte Erholung und die höhere gespeicherte Energie von Körnern in γ -Faser Lagen zurückgeführt werden [HUM04]. Somit wachsen Körner in α -Faser Lagen auf Kosten benachbarter Körner mit γ -Faser Lagen an, wodurch die freie Energie des Systems sinkt. Die Unterdrückung eines diskontinuierlichen Anwachsens einzelner Körner oder von Rekristallisationskeimen wird von Song et al. durch Zener Pinning an den fein verteilten Fe_3C -Partikeln erklärt.

Zur Abschätzung ob die Fe_3C -Partikel einen signifikanten Beitrag zur thermischen Stabilität des Gefüges leisten, wird die Relation zwischen den gemessenen Korngrößen und der durch Partikel stabilisierten Zener-Korngröße betrachtet. Da die Zener-Gleichung nur den stabilen Gleichgewichtszustand beschreibt und keine Auskunft über die Hemmung des Kornwachstums bei kleineren Korngrößen gibt, dient dieser Vergleich nur als grobe Abschätzung. Unter der Annahme, dass der gesamte Kohlenstoff (0,07 Gew.-%) in Form von Fe_3C Partikeln vorliegt, ergibt sich aus dem Fe- Fe_3C Phasendiagramm ein Volumenanteil der Partikel von ca. 1 %. Bei einer mittleren Partikelgröße von ca. 0,6 µm berechnet sich die Zener stabilisierte Korngröße d_z aus Gleichung 2.20 unter der Annahme $\alpha = 1$ zu:

$$d_z = \frac{2d_p}{3\alpha f} \approx \frac{1,2\mu\text{m}}{0,03} = 40\mu\text{m} \quad \text{Gleichung 5.1}$$

Die vereinfachte Form mit $\alpha = 1$ liefert jedoch meist zu hohe Werte für d_z . Viele Erweiterungen der Zener Gleichung in der Literatur führen zu einer vergleichbaren Formel mit Werten für α von 2 bis 4 [MAN98, HUM04]. In Anbetracht maximaler Korngrößen von $30\text{ }\mu\text{m}$ nahe der Flanschoberseite nach 10 h bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ erscheinen Werte für α zwischen 1 und 2 realistisch. Somit liegt die Zener stabilisierte Korngröße etwa um einen Faktor 50 über der mittleren Korngröße im Gradientengefüge von Spaltprofilen aus ZStE500. Folglich ist es unwahrscheinlich, dass der Zener Effekt in dieser Legierung einen wesentlichen Beitrag zur thermischen Stabilität des UFG Gefüges leistet.

Nach Jazaeri und Humphreys ist ein Übergang von diskontinuierlichem zu kontinuierlichem Kornwachstum zu erwarten, wenn der Anteil an HAGBs einen kritischen Wert überschreitet [JAZ04b]. Dieser liegt typischerweise im Bereich von 60 bis 70 %. Dies stimmt in guter Näherung mit den vorliegenden Ergebnissen überein, nach denen der Übergangsbereich im Abstand von ca. $150\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite liegt, was einem HAGB Anteil von $\sim 60\text{ }\%$ entspricht. Da der Anteil an HAGBs im Gradientengefüge kontinuierlich in Richtung der Flanschoberseite ansteigt ist somit eine zunehmende Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum zu erwarten. In diesem Zusammenhang ist das starke diskontinuierliche Kornwachstum unmittelbar an der Flanschoberseite, das nach Wärmebehandlung bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ beobachtet wird, nicht plausibel.

Eine Differenzierung zwischen diskontinuierlichem und kontinuierlichem Wachstum anhand des HAGB Anteils setzt jedoch voraus, dass dieser Anteil während der Wärmebehandlung annähernd konstant bleibt. Wie in Abbildung 4.11 dargestellt, sinkt die HAGB-Dichte $50\text{ }\mu\text{m}$ unterhalb der Flanschoberseite mit zunehmender Temperatur der Wärmebehandlung, wohingegen die LAGB-Dichte annähernd konstant bleibt. So verschiebt sich der HAGB Anteil von 67 % vor der Wärmebehandlung auf 31 % nach 1 h bei $550\text{ }^\circ\text{C}$ (siehe Anhang Abbildung A.5). Dies resultiert aus dem bevorzugten Wachstum von Körnern mit gedrehter Würfellage, das sich in der Texturentwicklung zeigt. Mit zunehmender Korngröße steigt somit die Wahrscheinlichkeit, dass sich zwei von HAGBs umschlossene Körner mit ähnlicher Orientierung ($< 15^\circ$ Fehlorientierung) berühren, wodurch an der Grenzfläche eine LAGB ausgebildet wird. Da LAGBs eine geringere Mobilität aufweisen als HAGBs werden mit Fortschreiten des Prozesses immer mehr HAGBs in LAGBs umgewandelt und infolgedessen weitgehend immobilisiert. Dieser Effekt wurde erstmals von Juul Jensen angeführt und wird als „orientation pinning“ bezeichnet [JUL95].

Durch die Zunahme des LAGB-Anteils im Gefüge sinkt sowohl die mittlere Mobilität der Korngrenzen \bar{M} als auch die mittlere Korngrenzenergie $\bar{\gamma}$. Typische Werte für γ liegen bei ca. $0,2\text{ Jm}^{-2}$ (LAGBs) und ca. $0,5\text{ Jm}^{-2}$ (HAGBs) [HUM04], so dass die Energie einer zufälligen HAGB in einem überwiegend aus LAGBs bestehendem Gefüge annähernd 2 entspricht. Die Abschätzung der relativen Korngrenzmobilität einer HAGB gegenüber einer Matrix aus überwiegend LAGBs ist schwierig, da der Kenntnisstand diesbezüglich sehr begrenzt ist. Nach Humphreys und Hatherly ist die Mobilität von Korngrenzen mit Fehlorientierungen von $2\text{ bis }5^\circ$ um den Faktor 10 bis 500 kleiner

als bei Fehlorientierungen $> 20^\circ$. Im Bereich von 5 bis 20° steigt die Mobilität an und erreicht zwischen 14 und 20° eine Sättigung. Unter der vereinfachten Annahme, dass die Mobilität von LAGBs für die Bestimmung der mittleren Mobilität \bar{M} vernachlässigt werden kann, ergibt sich für die relative Mobilität einer HAGB:

$$M_{HAGB} \sim \frac{\bar{M}}{f} \quad \text{Gleichung 5.2}$$

wobei f der HAGB-Anteil im Gefüge ist. Somit ist eine grobe Abschätzung des Mobilitätsverhältnisses $Q \sim M_{HAGB} / \bar{M}$ möglich, was bei einem Anteil von 31% HAGBs $Q \sim 3$ ergibt, wobei dieser Wert aufgrund der angenommenen Näherungen ein oberer Grenzwert ist.

Anhand des Schaubilds für kontinuierliches und diskontinuierliches Kornwachstum (Abbildung 5.1) lässt sich nachvollziehen welche Auswirkungen der zunehmende Anteil an LAGBs nahe der Flanschoberseite auf das Kornwachstumsverhalten hat. Im Ausgangszustand mit überwiegend HAGBs sind G und Q annähernd 1 . Folglich tritt diskontinuierliches Wachstum nur etwa im Bereich $1,5 < X < 3$ auf (schwarze gepunktete Linie), d.h. Körner wachsen (diskontinuierlich) maximal bis zum 3fachen der mittleren Korngröße an. Dies ist bei einer logarithmisch normalverteilten Korngröße, die über eine Dekade umfasst (siehe Anhang Abbildung A.3), nicht als diskontinuierliches Wachstum zu erkennen. Wärmebehandlungen führen zu einer Erhöhung des LAGB Anteils und somit, wie zuvor beschrieben, zu einem Anstieg von G und Q . Demnach ist diskontinuierliches Kornwachstum im Bereich $2 < X < 10$ zu erwarten (rote gepunktete Linie), d.h. Körner können bis zum 10fachen der mittleren Korngröße diskontinuierlich anwachsen.

Das bevorzugte Wachstum bestimmter Kornorientierungen im stark texturierten Bereich nahe der Flanschoberseite senkt folglich die Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum. Dieser Prozess läuft im geringeren Umfang auch im Bereich von 50 und $150 \mu\text{m}$ unterhalb der Flanschoberseite ab, in dem die höchste Stabilität gegen

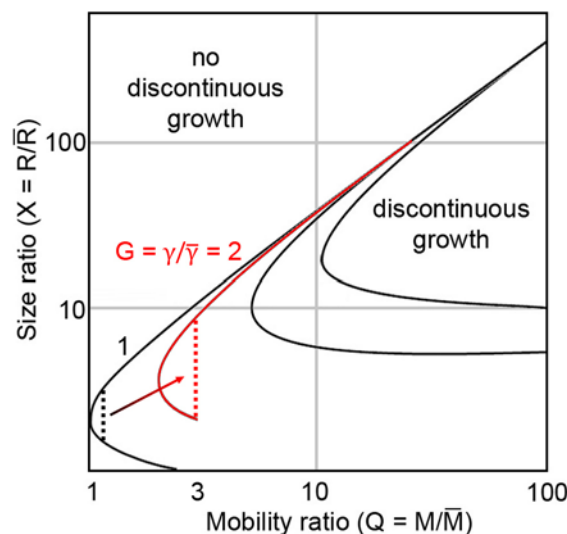


Abbildung 5.1: Schaubild für kontinuierliches und diskontinuierliches Kornwachstum in Abhängigkeit von der relativen Korngröße und Korngrenzmobilität nach [HUM97].

diskontinuierliches Kornwachstum beobachtet wird. Aufgrund der gegenüber der Flanschoberseite schwächeren Textur ist die erforderliche Dauer der Wärmebehandlung bis zum Einsetzen von diskontinuierlichem Wachstum höher. Somit besteht in keinem Bereich des Gradientengefüges, d.h. weder im UFG Bereich noch im kaltverfestigten CG Bereich, eine vollständige Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum.

Technologische Aspekte

Die Ergebnisse zur thermischen Stabilität von UFG Gradientengefügen zeigen, dass Temperaturen, wie sie beim Lackeinbrennen oder Pulverbeschichten auftreten ($\leq 300\text{ °C}$), zu keiner messbaren Änderung der Gefüge und lokalen mechanischen Eigenschaften führen. Darüber hinaus bleibt ein UFG Gradientengefüge auch bei Temperaturen von 400 °C bis 500 °C , die für das Plasmanitrieren relevant sind, erhalten. Trotz der in diesem Temperaturbereich ablaufenden Erholungs- und Kornwachstumsprozesse bleibt die Festigkeit für Wärmebehandlungen von bis zu 10 h auf einem Niveau oberhalb der des Grundwerkstoffs. Ein deutlicher Abfall der Festigkeit unter das Niveau des Grundwerkstoffs tritt, abhängig von der Dauer der Wärmebehandlung, erst bei Temperaturen zwischen 550 °C und 600 °C auf, d.h. im Bereich typischer Rekristallisationstemperaturen von ferritischen Stählen.

Die Untersuchungen zeigen weiterhin, dass Wärmebehandlungen an den vorliegenden UFG Gradientengefügen kein geeignetes Mittel sind, um hohe Gleichmaßdehnungen bei zugleich hoher Festigkeit zu erzielen. So führen Erholungsprozesse zu einer Absenkung der Streckgrenze ohne dabei die Gleichmaßdehnung signifikant zu erhöhen. Dies ist primär auf die verwendete Werkstoffklasse (niedriglegierte Stähle) und weniger auf den Herstellungsprozess bzw. das vorliegende UFG Gradientengefüge zurückzuführen. Die Untersuchungen von Tsuji et al. an UFG IF Stählen zeigen, dass eine deutliche Zunahme der Gleichmaßdehnung erst nach Kornwachstum auf ca. $0,8\text{ }\mu\text{m}$ auftritt [TSU02]. Dies geht jedoch mit einer relativen Abnahme der Streckgrenze um ca. $1/3$ gegenüber dem mittels SPD erzeugten Zustand einher (siehe Abbildung 2.13).

Die Einstellung bimodaler Gefüge, wie von Wang und Ma vorgeschlagen [WAN04], ist nach derzeitigem Kenntnisstand nicht geeignet, um bei den in dieser Arbeit verwendeten Legierungen eine hohe Gleichmaßdehnung bei zugleich hoher Festigkeit einzustellen. Temperaturen, die für diskontinuierliches Kornwachstum erforderlich sind, führen zu einer sehr starken Erholung in Verbindung mit einem generellen Anstieg der Korngröße. Zwar können auf diesem Weg sehr hohe Gleichmaßdehnungen erreicht werden, jedoch sinkt dabei die Streckgrenze unter das Niveau des Werkstoffs im Anlieferungszustand. Eine theoretische Möglichkeit diese Problematik zumindest teilweise zu umgehen bieten Kurzzeitwärmebehandlungen, z.B. mittels induktiver Erwärmung oder eines LASERs. Es ist jedoch fraglich, ob eine Erhöhung der Aufheizrate allein ausreicht, um bimodale Gefüge ohne Kornwachstum der Matrix zu generieren. Schließlich wurde im Rahmen dieser Arbeit gezeigt, dass diskontinuierliches Kornwachstum im UFG Bereich nahe der Flanschoberseite erst nach vorangegangenen kontinuierlichem Kornwachstum und dehnungsinduzierter Korngrenzmigration stattfindet. Zudem lässt sich ein Verlust

der Festigkeit infolge der schnell ablaufenden Erholung auch bei einer Kurzzeitwärmebehandlung nicht vermeiden. Letzteres ist bei allen Werkstoffen mit einer ausgeprägten Erholungsneigung (d.h. hohen SFE), wie z.B. niedriglegierten Stählen oder auch Al-Legierungen, zu erwarten und gilt nicht nur für die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Stähle. Demzufolge bieten Werkstoffe mit niedriger SFE (d.h. hoher Rekristallisationsneigung) wie z.B. Cu oder austenitische Stähle ein größeres Potential für eine Optimierung der mechanischen Eigenschaften durch partielle Rekristallisation.

5.2 Hall-Petch Beziehung in gestreckten UFG Gradientengefügen

Die Hall-Petch Beziehung beschreibt eine Korrelation zwischen der Streckgrenze und der Korngröße und basiert auf der Abhängigkeit zwischen der Pile-Up Spannung von an Korngrenzen aufgestauten Versetzungen und deren Gleitlänge bzw. Aufstaulänge bei Anlegen einer Schubspannung (siehe Abschnitt 2.4.1). Eine Bedingung für die Hall-Petch Beziehung ist dabei, dass die Gleitlänge von Versetzungen proportional zum Korndurchmesser ist, was bei globularen Körnern zweifellos gegeben ist. Bei Körnern mit hohem Streckungsgrad ist diese Bedingung jedoch nicht zwangsläufig erfüllt. Zum Einen ist die Länge eines Gleitsystems in dem Fall stark von dessen Orientierung im Korn abhängig, zum Anderen ist die Größe des Korndurchmessers bei gestreckten Körnern nicht eindeutig. Für eine Übertragung der Hall-Petch Beziehung auf Gefüge mit hohen Streckungsgraden muss daher sichergestellt werden, dass die mittlere Gleitlänge von Versetzungen proportional zu der Größe ist, die als mittlerer Korndurchmesser angenommen wird. Dies wird in der Literatur meist vernachlässigt, obwohl fast alle SPD Prozesse zu gestreckten Gefügen führen. Die Aspektverhältnisse übersteigen aber selbst bei Prozessen wie ARB, die zu einer verhältnismäßig starken Streckung führen, selten Werte von 4 [LI06]. Dagegen weisen die in dieser Arbeit untersuchten Pancake Gefüge Aspektverhältnisse zwischen 3 und 10 auf, weshalb der Einfluss der Kornstreckung auf die effektive Gleitlänge im Folgenden genauer Betrachtet wird.

Ansätze zur Abschätzung der mittleren Gleitlänge von Versetzungen

Eine einfache Möglichkeit zur Abschätzung des mittleren Korndurchmessers gestreckter Körner besteht darin, den Mittelwert aus dem minimalen und maximalen Durchmesser zu berechnen. Eine ähnliche Variante, die sich bei einer digitalen Bilderfassung mittels EBSD anbietet, basiert auf der mittleren Kornfläche und einer Umrechnung auf den mittleren Durchmesser eines globularen Gefüges mit gleicher Kornflächenverteilung. Beide Varianten werden in der Literatur häufig verwendet und führen zu vergleichbaren Werten. In wie weit eine Proportionalität zwischen dem berechneten mittleren Korndurchmesser und der mittleren Gleitlänge im Gefüge gegeben ist, lässt sich jedoch in beiden Fällen nicht abschätzen.

Aufgrund des Defizits der zuvor genannten Varianten wurde für die Auswertung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Pancake UFG Gefüge ein neues Modell zur

Bestimmung einer der mittleren Gleitlänge proportionalen Korngröße aufgestellt. Da die Abschätzung der lokalen Streckgrenzen im Rahmen dieser Arbeit auf Basis von Härtemessungen erfolgt, wird zur Vereinfachung angenommen, dass alle Raumrichtungen bezüglich der auftretenden Schubspannungen gleichwertig zu betrachten sind. Unter dieser Annahme ist die mittlere Gleitlänge eines Korns proportional zu dem über alle Raumrichtungen gemittelten Korndurchmesser. Bei annähernd rotationssymmetrischen Körnern kann die Betrachtung auf zwei Dimensionen reduziert werden, sofern der maximale und minimale Korndurchmesser in der untersuchten Ebene auftreten, bzw. diese Ebene die Rotationsachse enthält. Zur geometrischen Beschreibung der gestreckten Körner wird von einer elliptischen Kornform ausgegangen.

Ein Korn, dessen Form über ein Ellipsoid beschrieben werden kann, ist durch zwei linear unabhängige Größen, wie z.B. den minimalen und maximalen Durchmesser, eindeutig bestimmt. Im Folgenden werden das Aspektverhältnis a und der minimale Durchmesser d_{\min} als Bezugsgrößen verwendet, da diese Größen anschaulich und über EBSD Messungen einfach zugänglich sind. Der mittlere Ellipsendurchmesser \bar{d} kann über ein vollständiges elliptisches Integral 1. Art mit den Argumenten $\pi/2$ und $-(a^2 - 1)$ berechnet werden (Herleitung siehe Anhang Abschnitt A.3):

$$\bar{d} = \frac{2a \cdot d_{\min}}{\pi} \cdot F\left(\frac{\pi}{2} \middle| -(a^2 - 1)\right) \quad \text{Gleichung 5.3}$$

Im Grenzfall eines runden bzw. kugelförmigen Korns ($a = 1$) entspricht der mittlere Korndurchmesser \bar{d} erwartungsgemäß dem minimalen Durchmesser d_{\min} :

$$\bar{d}_{(a=1)} = \frac{2d_{\min}}{\pi} \cdot F\left(\frac{\pi}{2} \middle| 0\right) = \frac{2d_{\min}}{\pi} \cdot \frac{\pi}{2} = d_{\min} \quad \text{Gleichung 5.4}$$

Für Aspektverhältnisse $a > 1$ muss das elliptische Integral numerisch abgeschätzt werden. Die Entwicklung von \bar{d} als Vielfaches von d_{\min} und in Abhängigkeit von a ist in Abbildung 5.2 dargestellt und kann über eine Logarithmusfunktion approximiert werden.

Somit ergibt sich ausgehend von Gleichung 2.5 folgende Abhängigkeit der Streckgrenze vom Aspektverhältnis a und dem minimalen Korndurchmesser d_{\min} :

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k'}{\sqrt{d_{\min} \cdot [0,5964 \cdot \ln(a) + 0,9675]}} \quad \text{Gleichung 5.5}$$

Eine alternative Herangehensweise zur Abschätzung der mittleren Gleitlänge von Versetzungen ist auf Basis der Korngrenzdicke möglich und damit ohne eine explizite Betrachtung der Größe einzelner Körner oder deren Streckung. So wird in der von Hansen vorgeschlagenen Erweiterung der Hall-Petch Beziehung (Gleichung 2.6) der mittlere Korngrenzabstand direkt aus der HAGB-Dichte abgeleitet [HAN04]. Bei einer zweidimensionalen Betrachtung gilt unter der Annahme quadratischer Körner:

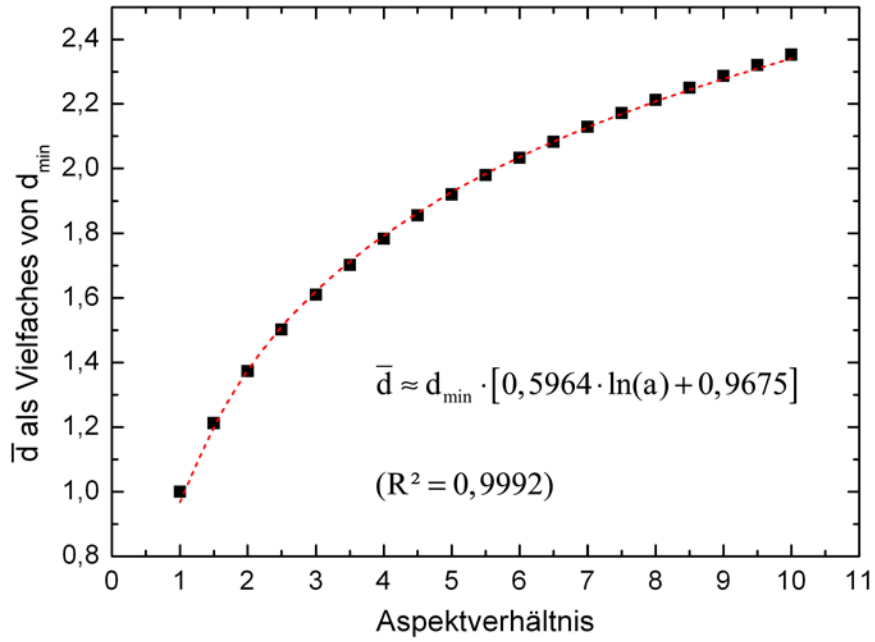


Abbildung 5.2: Abhängigkeit des mittleren Korndurchmessers vom Aspektverhältnis bei Annahme einer elliptischen Kornform.

$$\frac{1}{\sqrt{d_{HAGB}}} = \sqrt{\frac{S_V}{2}} f \quad \text{Gleichung 5.6}$$

Hierbei sind d_{HAGB} die Korngröße (bei ausschließlicher Berücksichtigung von HAGBs), S_V die gesamte Korngrenzflächendichte und f der HAGB-Anteil im Gefüge. Berechnungen von Hansen sowie von Kamikawa et al. zeigen, dass LAGBs bereits bei geringen Fehlorientierungen ($0,2^\circ$ bis 3°) ein vergleichbares Hindernis für eine Versetzungsbewegung darstellen wie HAGBs [HAN05, KAM09]. Da mittels EBSD ohnehin nur Fehlorientierungen $> 2^\circ$ als (Sub)Korngrenzen erfasst werden, wird im Folgenden nicht zwischen LAGBs und HAGBs unterschieden. Somit ergibt sich ausgehend von Formel 2.6 folgender vereinfachter Zusammenhang zwischen der Streckgrenze und der Korngrenzdicke:

$$R_e = \sigma_0 + k' \sqrt{\frac{S_V}{2}} \quad \text{Gleichung 5.7}$$

Als Referenz zu den Ansätzen auf Basis einer elliptischen Kornform (Ellipsenmodell) und auf Basis der Korngrenzdicke (Korngrenzdicke Modell) wird Gleichung 2.5 mit einer einfachen Mittelung der Korngröße auf Basis der Kornfläche verwendet. Dies bedeutet, dass die mittlere Korngröße dem mittleren Korndurchmesser eines globularen Gefüges entspricht, dessen Körner eine äquivalente Verteilung der Querschnittsfläche aufweisen (Kornflächenmodell).

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k'}{\sqrt{d}} \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Anwendung der Gleitlängenmodelle auf UFG Gradientengefüge

Alle drei Modelle basieren darauf, dass die Streckgrenze nur von einem variablen Parameter (Korngröße bzw. Gleitlänge) abhängig ist und alle weiteren Einflüsse eine Konstante (σ_0) ergeben. Dabei werden Aspekte wie z.B. unterschiedliche elastische Spannungsfelder, die aus Versetzungen im Korninneren oder dem Nichtgleichgewichtszustand der Korngrenzen resultieren, nicht berücksichtigt. Am Beispiel von UFG Cu (erzeugt durch ECAP) wurde gezeigt, dass SPD Prozesse zu starken und z.T. inhomogenen Spannungsfeldern nahe der Korngrenzen führen [VAL00, KOZ04]. Somit besteht die Möglichkeit, dass die Modelle bei mittels SPD erzeugten UFG Metallen nur eine unpräzise Beschreibung der Korrelation zwischen der Streckgrenze und der Korngröße liefern. Ein weiterer Aspekt, der eine Bewertung der Modelle erschwert, ist, dass der Anstieg der Festigkeit mit abnehmender Korngröße im Bereich $< 1 \mu\text{m}$ häufig abflacht (siehe Abbildung 2.12) [SON06]. So liegen für den Werkstoff ZStE500 keine Erkenntnisse bezüglich der Hall-Petch Koeffizienten bei globularen Gefügen mit Korngrößen im UFG Bereich vor, die zeigen, ob bzw. in welchem Umfang sich die Koeffizienten gegenüber denen von CG Gefügen unterscheiden.

Der Einfluss der zuvor angeführten variablen Einflüsse auf die Festigkeit kann minimiert werden, indem ausschließlich bei Temperaturen $\geq 550 \text{ }^\circ\text{C}$ wärmebehandelte Zustände betrachtet werden. Wie bereits in Abschnitt 5.1 gezeigt, laufen bei Temperaturen ab $450 \text{ }^\circ\text{C}$ Erholungs- und Kornwachstumsprozesse ab, die zu einer Abnahme der Versetzungsdichte und Zunahme der Korngröße führen. So ist davon auszugehen, dass bei Temperaturen, die zu einer messbaren Korngrenzmigration führen, elastische Spannungen nahe den Korngrenzen weitgehend abgebaut werden. Desweiteren treten bei ausschließlicher Berücksichtigung von wärmebehandelten Zuständen ($T_{\text{WB}} \geq 550 \text{ }^\circ\text{C}$) keine Korngrößen unterhalb $0,5 \mu\text{m}$ auf. Dadurch wird die Verfälschung der Darstellung durch einen bei niedrigen Korngrößen möglicherweise abnehmenden Hall-Petch Parameter k' reduziert.

Bei Auftragung der Streckgrenze über $d^{-1/2}$ für verschiedene Positionen im Gefügegradienten nach Wärmebehandlungen ab $550 \text{ }^\circ\text{C}$ (Abbildung 5.3) ergibt sich bei jedem der drei Modelle ein linearer Anstieg. Somit sind grundsätzlich alle drei Modelle geeignet den erwarteten Zusammenhang zwischen Streckgrenze und Korngröße widerzugeben, wobei zu berücksichtigen ist, dass die zugrundeliegenden Daten nur Aspektverhältnisse < 5 umfassen. Die beste Anpassung liefert das Ellipsenmodell mit einem Regressionskoeffizienten $R^2 = 0,99$. Ein Vergleich mit Literaturwerten der Hall-Petch Parameter kohlenstoffarmer Stähle ($\sigma_0 = 100 \text{ MPa}$, $k' = 0,55 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ [MOR66]) zeigt, dass die Parameter des Ellipsenmodells die beste Übereinstimmung mit den Literaturwerten aufweisen (Tabelle 5.1).

Tabelle 5.1: Hall-Petch Parameter der verschiedenen Gleitlängenmodelle.

Gleitlängenmodell	Gleichung	σ_0	k'
Kornflächenmodell	2.5	46 MPa	$0,45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$
Ellipsenmodell	5.5	94 MPa	$0,47 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$
Korngrenz dichtemodell	5.7	147 MPa	$0,33 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$

In einem weiteren Schritt wird untersucht, in wie weit die zuvor ermittelten Hall-Petch Parameter zur Beschreibung der nicht wärmebehandelten Gefüge geeignet sind, bzw. in welchem Umfang die Festigkeit von weiteren Einflüssen, wie der Versetzungsdichte oder einer möglichen Abnahme von k' , beeinflusst wird. Eine Auftragung der Hall-Petch Geraden in Relation zu den Daten des nicht wärmebehandelten Gefügegradienten sowie des CG Anlieferungszustands zeigt, dass sich nur für das Korngrenzdickemodell eine gute Übereinstimmung ergibt (Abbildung 5.4). Sowohl das Ellipsenmodell als auch das Kornflächenmodell ergeben für den Bereich der Flanschunterseite und den Anlieferungszustand höhere Festigkeiten als gemäß der Hall-Petch Beziehung zu erwarten sind.

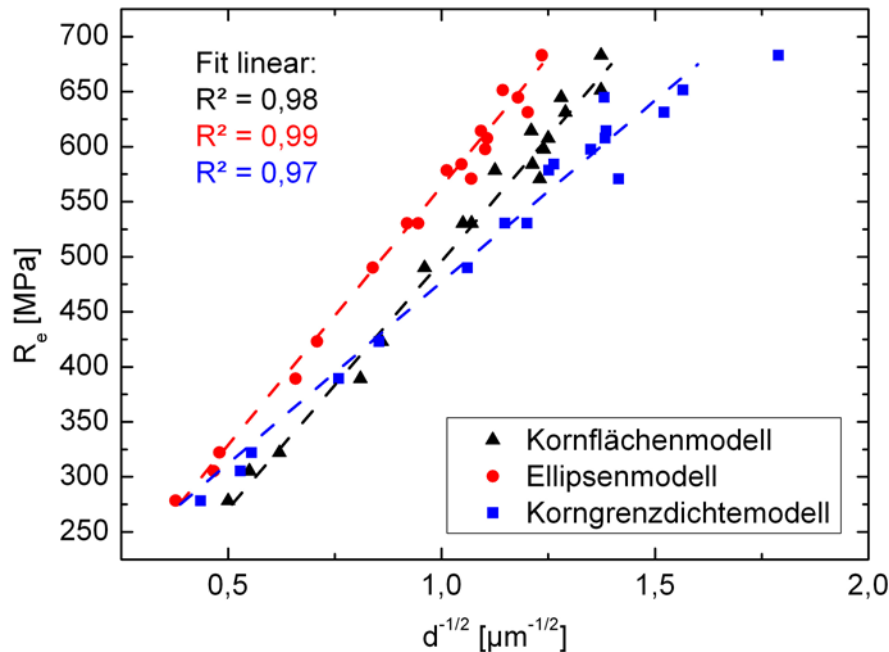


Abbildung 5.3: Streckgrenze in Abhängigkeit von der Korngröße in Spaltprofilen aus ZStE500 nach Wärmebehandlungen zwischen 10 min und 600 min bei Temperaturen ≥ 550 °C.

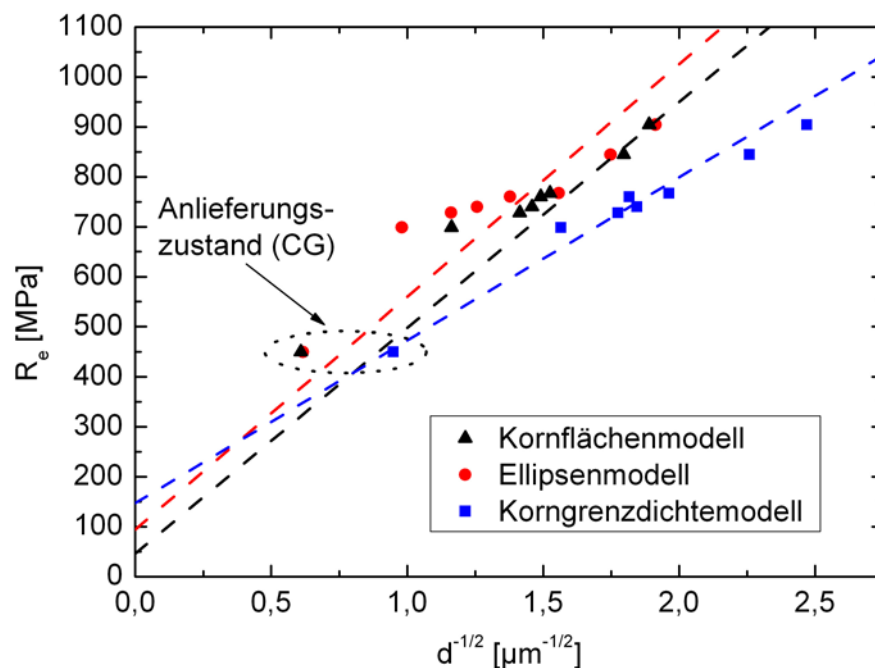


Abbildung 5.4: Streckgrenze in Abhängigkeit von der Korngröße in Spaltprofilen aus ZStE500.

Korngrenzsegregationen oder eine geringe Anzahl aufgestauter Versetzungen, die in der Literatur als Ursachen für Änderungen der Hall-Petch Steigung angeführt werden, sind im vorliegenden Fall nicht plausibel, da beide Mechanismen mit abnehmender Korngröße verstärkt auftreten sollten und nicht umgekehrt. Mittels EBSD nicht zugängliche Effekte (Versetzungsdichte, elastische Spannungen nahe den Korngrenzen) sind als Ursache für die Abweichungen der beiden Modelle ebenfalls sehr unwahrscheinlich. Bei derartigen Effekten wäre zu erwarten, dass sie abhängig von der Verformung des Werkstoffs sind, d.h. im höher verformten Bereich mit den niedrigsten Korngrößen (Flanschoberseite) stärker ausgeprägt sind als an der Flanschunterseite oder im Anlieferungszustand.

In Anbetracht der präzisen Korrelation (zwischen Streckgrenzen und Korngröße) innerhalb des Korngrenzdichtemodells erscheint ein Fehler in der ermittelten Korngröße bzw. der effektiven Gleitlänge der beiden anderen Modelle am wahrscheinlichsten, da allen drei Modellen die gleichen EBSD- und Härtemessungen zugrunde liegen. Ein wesentlicher Unterschied der drei Modelle besteht darin, dass Subkorngrenzen mit Fehlorientierungen von 2° bis 5° nur beim Korngrenzdichtemodell berücksichtigt werden. Dagegen fließen in die Berechnung der mittleren Korngröße, der Pancake-Dicke und des Aspektverhältnisses nur Korngrenzen mit Fehlorientierungen $> 5^\circ$ ein. Dadurch entstehen bei kaltverfestigten Zuständen (die ausgeprägte Subkornstrukturen aufweisen) zwangsläufig große Diskrepanzen zwischen den ermittelten effektiven Gleitlängen der verschiedenen Modelle.

Die präzise Anpassung des Korngrenzdichtemodells für alle Zustände und Positionen im Gradienten deutet daraufhin, dass die Berücksichtigung aller mittels EBSD erfassbaren Korngrenzen (d.h. Fehlorientierung $> 2^\circ$) für die Hall-Petch Beziehung nicht nur zulässig sondern notwendig ist. Die häufig verwendete Differenzierung zwischen Korngrenzen und Subkorngrenzen (die nicht für die Bestimmung der Korngröße herangezogen werden) ist somit unter dem Aspekt des Einflusses auf die Streckgrenze nicht zulässig. Werden für das Ellipsenmodell und das Kornflächenmodell alle mittels EBSD erfassten Korngrenzen berücksichtigt, so führt dies zu dem in Abbildung 5.5 dargestellten Verlauf. Die der Darstellung zugrunde liegenden Hall-Petch Parameter wurden ebenfalls unter Berücksichtigung aller Korngrenzen an wärmebehandelten Zuständen neu berechnet (siehe Anhang Abbildung A.8).

Gegenüber Abbildung 5.4 weist das Ellipsenmodell nach der Neuberechnung der Daten deutlich geringere Abweichungen auf, wobei eine Tendenz zu höheren Streckgrenzen im Bereich der Flanschunterseite bestehen bleibt. Beim Kornflächenmodell liegen die Daten des Gefügegradienten konstant über der Hall-Petch Geraden. Diese systematische Abweichung ist möglicherweise auf Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Hall-Petch Parameter zurückzuführen. So wird die mittlere Korngröße bei Berücksichtigung aller Korngrenzen sehr fehleranfällig, was sich in großen Streuungen und einem niedrigen Regressionskoeffizienten widerspiegelt (siehe Anhang Abbildung A.8).

Die Gegenüberstellung zeigt, dass grundsätzlich alle drei Modelle geeignet sind, die Korrelation zwischen der Korngröße und der Streckgrenze über den Gefügegradienten widerzugeben, sofern alle Korngrenzen mit einer Fehlorientierung von $> 2^\circ$ berücksichtigt werden. Die präzise Korrelation innerhalb des Korngrenzdichtemodells zeigt

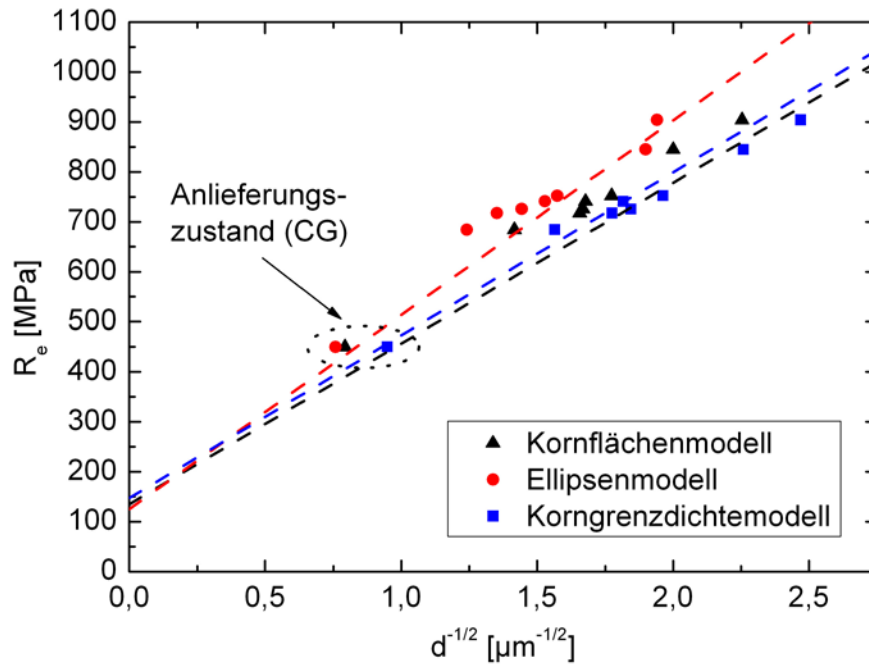


Abbildung 5.5: Streckgrenze in Abhängigkeit von der Korngröße in Spaltprofilen aus ZStE500 unter Berücksichtigung aller mittels EBSD erfassbaren Korngrenzen (Fehlorientierungen $> 2^\circ$).

darüber hinaus, dass eine geometrische Berücksichtigung hoher Streckungsgrade (Ellipsenmodell) nicht erforderlich ist. Für das Korngrenzdicke Modell sprechen zudem die im Vergleich zum Kornflächenmodell geringeren Streuungen und die Abhängigkeit von nur einem (mittels EBSD leicht zugänglichen) Parameter.

Die Abbildungen 5.3 bis 5.5 legen nahe, dass die Streckgrenze über den gesamten Gradienten sowohl mit als auch ohne Wärmebehandlungen in guter Näherung nur von der Korngrenzdicke abhängig ist. Dieser Argumentation folgend wäre der Einfluss der Versetzungsdichte vernachlässigbar gering und k' über den untersuchten Korngrößenbereich konstant. Dies steht jedoch im direkten Widerspruch zu den zwischen 300°C und 450°C ablaufenden Erholungsprozessen ohne signifikantes Kornwachstum, die zu einer deutlichen Abnahme der Härte führen.

Eine Auftragung der Streckgrenze über der Korngröße (Korngrenzdicke Modell) nach Wärmebehandlungen bei 450°C zeigt mit abnehmender Korngröße ein Abweichen vom linearen Verlauf der Hall-Petch Beziehung (Abbildung 5.6). Ein derartiger Verlauf ist bei UFG Metallen häufig zu beobachten (vergleiche Abbildung 2.12) und wird in der Literatur u.a. auf die geringe Anzahl aufgestauter Versetzungen zurückgeführt [PAN93, SON06].

Abbildung 5.6 bestätigt somit den signifikanten Einfluss der Versetzungsdichte auf die Festigkeit im Gefügegradienten, insbesondere im Bereich der kleinsten Korngrößen, d.h. nahe der Flanschoberseite. Die Tatsache, dass die Streckgrenze im spaltprofilierten Zustand über den gesamten Gefügegradienten der Hall-Petch Beziehung folgt, muss in diesem Zusammenhang als Koinzidenz betrachtet werden. Dies bedeutet, dass bei den untersuchten UFG Gradientengefügen der Beitrag der Versetzungsdichte zur Festigkeit mit abnehmender Korngröße ansteigt, wodurch das Abflachen des Hall-Petch Verlaufs,

d.h. die Abnahme von k' , kompensiert wird. Eine direkte Abhängigkeit der Streckgrenze von der Korngröße bzw. Korngrenzdichte gemäß der Hall-Petch Beziehung gilt näherungsweise nur für mittlere Korngrößen oberhalb $0,4 \mu\text{m}$ bzw. Korngrenzdichten unterhalb $6 \mu\text{m}^{-1}$. Das Abflachen des Hall-Petch Verlaufs der wärmebehandelten Zustände in Abbildung 5.6 zeigt zudem, dass bei Korngrößen $< 0,25 \mu\text{m}$ eine weitere Kornfeinung nur zu einem geringfügigen Anstieg der Festigkeit führt, sofern die Kornfeinung nicht mit einem Anstieg der Versetzungsdichte einhergeht.

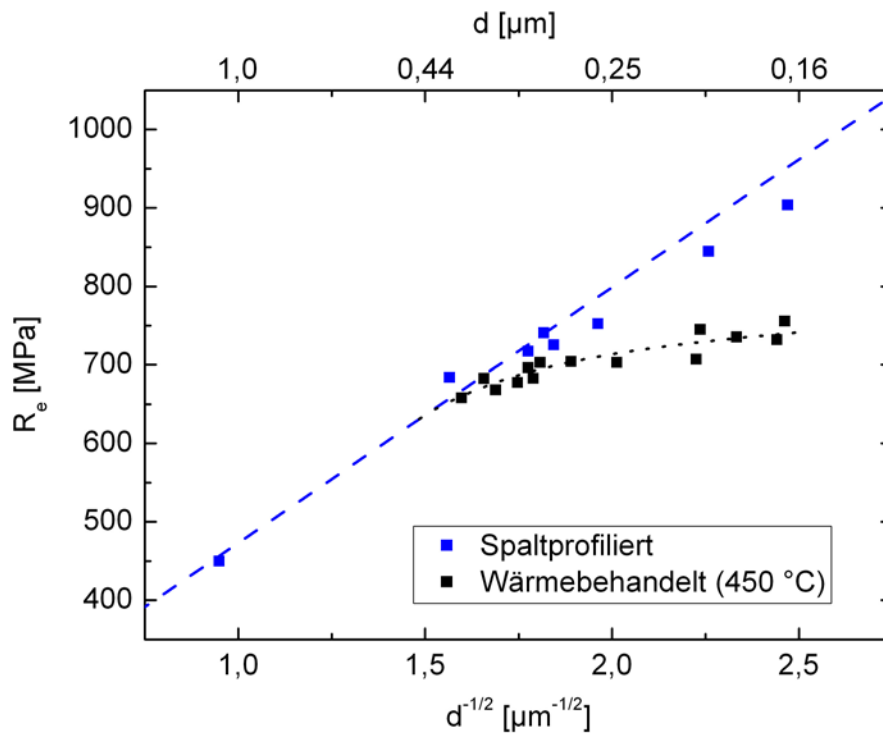


Abbildung 5.6: Streckgrenze in Abhängigkeit von der Korngröße (Korngrenzdichtemodell) in Spaltprofilen aus ZStE500 vor und nach Wärmebehandlungen bei 450°C für 2 bis 600 min.

5.3 Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen

Die Ermüdungsdaten von Biegeproben aus ZStE500 Spaltprofilen mit UFG Gradientengefüge zeigen einen deutlichen Anstieg der Dauerfestigkeit gegenüber dem dem CG Anlieferungszustand. So liegen die im Bereich der Dauerfestigkeit (bei einem Belastungsverhältnis $R \approx 0,2$) ertragbaren Maximalspannungen von $\sim 850 \text{ MPa}$ weit jenseits der statischen Festigkeit des Anlieferungszustands ($R_m \sim 570 \text{ MPa}$). Eine direkte Quantifizierung der Steigerung der Ermüdungsfestigkeit infolge des UFG Gradientengefüges ist jedoch anhand der vorliegenden Daten nicht möglich. Zwar liefern die Experimente und begleitenden Simulationen der UFG Proben plausible Ergebnisse, jedoch fehlt eine verlässliche Referenz für den CG Anlieferungszustand. Eine Bewertung der Ermüdungsdaten anhand der Balkentheorie ist aufgrund der Verformung der Proben im CG Anlieferungszustand nicht zulässig und würde zu zyklischen Festigkeiten jenseits der statischen Festigkeit führen. Die Ergebnisse der FEM Modellierungen sind ebenfalls widersprüchlich, da sich die berechneten Spannungsamplituden von Belastungen im

Bereich der Zeitfestigkeit und der Dauerfestigkeit nicht unterscheiden.

Eine Möglichkeit zur indirekten Quantifizierung der Zunahme der Dauerfestigkeit ist jedoch auf Basis des Dauerfestigkeitsschaubilds nach Smith möglich. Dieses stellt die Dauerschwingfestigkeit eines Werkstoffs für alle Mittelspannungen von 0 bis R_m bzw. für alle R-Werte von -1 bis 1 dar [BLU94]. Zur Konstruktion des Smith Schaubilds werden die Dauerfestigkeit bei $R = -1$, die Zugfestigkeit R_m und mindestens die Dauerfestigkeit eines weiteren Belastungsverhältnisses benötigt. Ist dies gegeben, kann die Dauerfestigkeit eines jeden Belastungsniveaus, wie z.B. im vorliegenden Fall für $R = 0,2$, abgeschätzt werden ohne sie direkt zu messen. Das Smith-Schaubild für ZStE500 im CG Anlieferungszustand kann anhand der von Landersheim et al. an Flachproben ermittelten Dauerfestigkeiten für $R = 0$ und $R = -1$ [LAN09] sowie der Zugfestigkeit des Werkstoffs in äquivalenter Belastungsrichtung (siehe Anhang Abbildung A.7) konstruiert werden (Abbildung 5.7). Die Darstellung zeigt, dass die mittels FEM berechnete Spannungsamplitude $\Delta\sigma/2$ von 265 MPa bei einer Mittelspannung von ca. 300 MPa (gepunktete Linie) nicht im Bereich der Dauerfestigkeit liegt. Die erwartete Dauerfestigkeit bei einer Mittelspannung von 300 MPa entspricht nach dem Smith-Schaubild einer Spannungsamplitude von ca. 200 MPa (rote Linie).

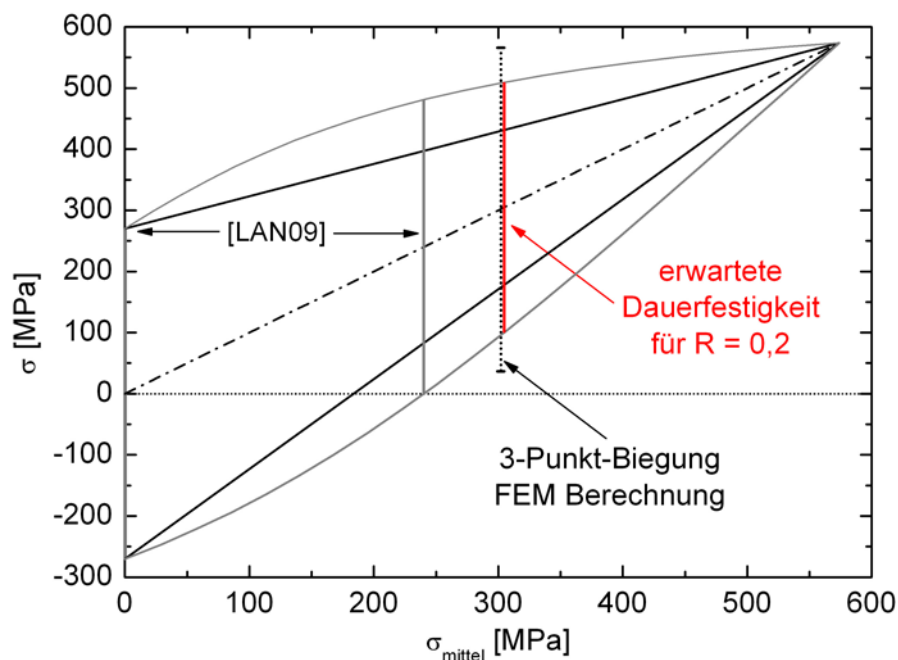


Abbildung 5.7: Dauerfestigkeitsschaubild nach Smith für ZStE500 im CG Anlieferungszustand.

Unter der Annahme, dass die Dauerfestigkeit nur von der Spannungsamplitude und dem R-Wert abhängig ist und nicht vom Versuchsaufbau (3-Punkt-Biegung gegenüber Flachproben) bzw. dem maximal beanspruchten Probenvolumen, kann der Effekt des UFG Gefüges auf die Dauerfestigkeit abgeschätzt werden. Dabei ergibt sich für ein Belastungsverhältnis $R = 0,2$ eine Erhöhung der Spannungsamplitude um 70 % von ~ 200 MPa im CG Zustand auf ~ 340 MPa im UFG Zustand (Abbildung 5.8).

Die Erhöhung der Dauerfestigkeit ist damit etwas geringer als die Zunahme der Härte zwischen Anlieferungszustand und Flanschoberseite von ca. 80 %. Diesbezüglich muss jedoch berücksichtigt werden, dass im Bereich der Flanschoberseite Zugeigenspannungen

von ca. 100 MPa vorliegen. In Lehrbüchern wie z.B. von Dieter werden (bezüglich der Dauerfestigkeit) Eigenspannungen meist additiv zu den Spannungen der Ermüdungsbeanspruchung betrachtet [DIE88]. Untersuchungen aus dem Bereich des Kugelstrahlens und Festwalzens zeigen jedoch, dass auch im HCF Bereich bzw. bei „Durchläufern“ ein teilweiser Abbau der Eigenspannungen auftreten kann [SCH06]. Somit ist die Erstellung einer präzisen Korrelation zwischen der Härte bzw. der Streckgrenze des Werkstoffs und der Dauerfestigkeit im vorliegenden Fall nicht möglich, da nicht bekannt ist, in welchem Umfang die vorhandenen Eigenspannungen zyklisch stabil sind. Da die Eigenspannungen im Verhältnis zur Streckgrenze relativ gering sind (ca. 10 %), gilt jedoch, dass die erhöhte Dauerfestigkeit im Bereich der Flanschoberseite von Spaltprofilen gegenüber dem Anlieferungszustand annähernd proportional zum Anstieg der Härte ist.

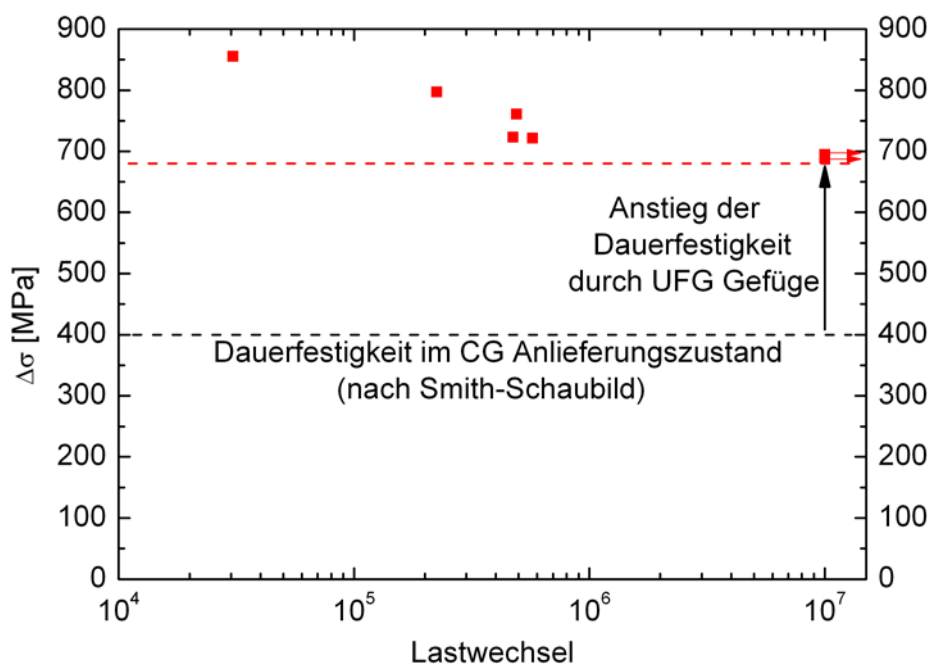


Abbildung 5.8: Mittels FEM berechnete Schwingbreiten der Spannung über der Bruchlastspielzahl für 3-Punkt-Biege Beanspruchung ($R \approx 0,2$) von ZStE500 mit UFG Gradientengefüge in Relation zur Dauerfestigkeit des CG Anlieferungszustands.

Im Gegensatz zu den Ergebnissen an ZStE500 besteht beim Werkstoff DD11 sowohl im Anlieferungszustand als auch im spaltgebogenen Zustand eine Proportionalität zwischen den aufgetragten Lastamplituden und den mittels FEM berechneten Spannungsamplituden. Aufgrund der plastischen Verformung der Biegeproben des Anlieferungszustands und der offensichtlichen Diskrepanz beim ZStE500 wird auch für den Werkstoff DD11 die Plausibilität der ermittelten Dauerschwingfestigkeit anhand eines Smith Schaubilds überprüft. Zur Konstruktion des Smith Schaubilds wird die unter Umlaufbiegung ($R = -1$) ermittelte Dauerfestigkeit sowie die Zugfestigkeit des Werkstoffs herangezogen. Da das genaue Mittelspannungsverhalten nicht bekannt ist, wird überprüft, ob sich bei einer Anpassung des Smith Schaubilds an die unter 3-Punkt-Biegung ermittelte Dauerfestigkeit ein für kohlenstoffarme Stähle plausibles

Mittelspannungsverhalten ergibt. Wie Abbildung 5.9 zeigt, ergibt sich für DD11 ein normales Mittelspannungsverhalten, d.h. eine konvexe Krümmung, die jedoch schwächer ausgeprägt ist als beim Werkstoff ZStE500 (Abbildung 5.7). Unter der Annahme eines identischen Mittelspannungsverhaltens beider Werkstoffe ergäbe sich für den DD11 Anlieferungszustand eine ca. 10 % höhere Dauerfestigkeit. In Anbetracht der Streuungen bei Ermüdungsuntersuchungen und der Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Dauerfestigkeit kann der ermittelte Wert als eine belastbare untere Näherung betrachtet werden.

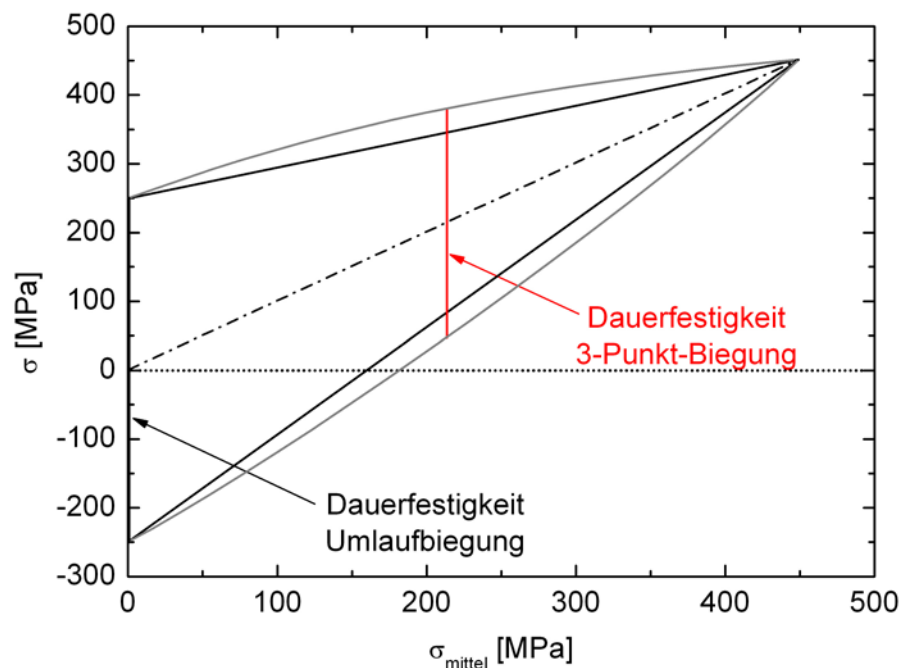


Abbildung 5.9: Dauerfestigkeitsschaubild nach Smith für DD11 im CG Anlieferungszustand.

Eine Auftragung der mittels FEM bestimmten Schwingbreiten der Spannungen aller untersuchten Zustände im Wöhler-Diagramm verdeutlicht die massive Steigerung der Ermüdungsfestigkeit der UFG Gradientengefüge gegenüber dem Anlieferungszustand (Abbildung 5.10). Die verbesserten Ermüdungseigenschaften bleiben auch nach einer Wärmebehandlung bei 500 °C (Erholungsglühung mit geringfügigem Kornwachstum) weitgehend erhalten. Die Dauerfestigkeit im spaltgebogenen Zustand (UFG Gradient) übersteigt die des CG Anlieferungszustands um ca. 150 % bei einem Härteanstieg von ca. 110 %. In diesem Zusammenhang muss zusätzlich berücksichtigt werden, dass im Bereich der Stegobenseite des UFG Gradientengefüges eine zyklische Entfestigung mit einem Härteabfall von ca. 10 % beobachtet wird. Somit ist ein im Vergleich zur Härte überproportionaler Anstieg der Dauerfestigkeit zu verzeichnen. Dieser Effekt wird durch eine Erholungsglühung mit geringfügigem Kornwachstum (1 h bei 500 °C) noch verstärkt. So steht nach der Wärmebehandlung des Gradientengefüges im Vergleich zum Anlieferungszustand eine um ca. 120 % höhere Dauerfestigkeit einer nur ca. 50 % höheren Härte gegenüber.

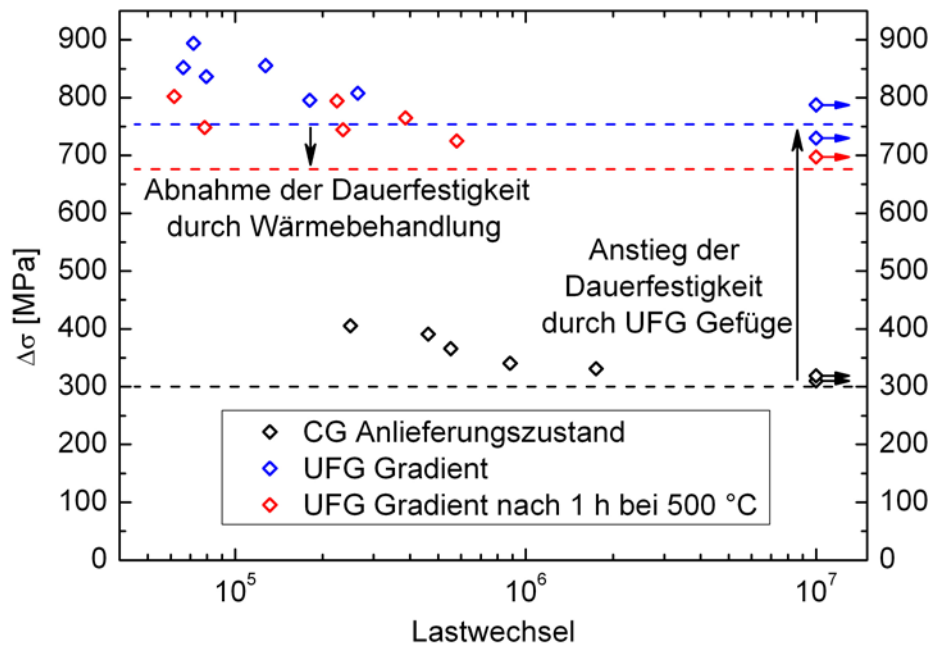


Abbildung 5.10: Mittels FEM berechnete Schwingbreiten der Spannung über der Bruchlastspielzahl für 3-Punkt-Biege Beanspruchung ($R \approx 0,2$) von DD11.

Ein im Vergleich zur Härte überproportionaler Anstieg der Dauerfestigkeit ist für UFG Metalle untypisch. Der Anstieg der Dauerfestigkeit ist entweder geringer als der Anstieg der Härte, wie z.B. bei Cu [KHA10], oder annähernd proportional, wie z.B. bei Ti [SEM08]. Der in Relation zur Härte überproportionale Anstieg der Dauerfestigkeit kann daher nicht ausschließlich auf die Kornfeinung zurückgeführt werden. Folglich ist es wahrscheinlich, dass die gemessenen Druckeigenspannungen deutlich zum Anstieg der Dauerfestigkeit beitragen. Dies wird durch die Tatsache bestätigt, dass der wärmebehandelte Zustand die höchsten Druckeigenspannungen und zugleich die stärkste Diskrepanz zwischen dem Anstieg der Härte und der Dauerfestigkeit gegenüber dem Anlieferungszustand aufweist. Eine separate Quantifizierung der Einflüsse des UFG Gefüges und der Druckeigenspannungen auf die Ermüdungsfestigkeit ist anhand der vorliegenden Untersuchungen nicht möglich, da hierfür Kenntnisse zur Stabilität der Eigenspannungen erforderlich wären.

Die Untersuchungen der Ermüdungseigenschaften unter Biegebeanspruchung beider Werkstoffe zeigen, dass UFG Gradientengefüge zu einer massiven Verbesserung der Ermüdungseigenschaften im HCF Bereich führen. Die Steigerung der Dauerfestigkeit unter Biegebeanspruchung ist signifikant höher als bei einer Zug oder Zug-Druck Beanspruchung über den gesamten Gradienten in Walzrichtung. So liegt die Dauerfestigkeit im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 bei Belastung in Walzrichtung ca. 35 % höher als im Anlieferungszustand [LAN09], wogegen bei Biegebeanspruchung eine Steigerung von ca. 70% erzielt wird (Abbildung 5.8).

Ein Vergleich mit den Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen, die durch S²PD Verfahren erzeugt wurden und somit ebenfalls Druckeigenspannungen aufweisen, ist aufgrund der geringen Anzahl an Veröffentlichungen zu diesem Thema schwierig. Detaillierte Untersuchungen zu Gefüge, Härte und HCF Eigenschaften liegen bislang

nur für eine Ni-Basis Legierung (C-2000® Hastelloy) vor [LU04]. Bei dieser Legierung wurde eine Erhöhung der Dauerfestigkeit unter 4-Punkt-Biegung um ca. 50 % erzielt, bei einem Härteanstieg vom CG zum UFG Bereich von ca. 120 %. Diese Diskrepanz ist auf die Entstehung von Mikrorissen und Aufrauhung der Oberfläche zurückzuführen, was bei Prozessen wie Kugelstrahlen oder SMAT nicht vollständig vermieden werden kann [LU04]. Im Gegensatz dazu führen die Verfahren des Spaltprofilierens und Spaltbiegens zu einer sehr geringen Rauigkeit der Oberfläche, die unterhalb der des kaltgewalzten Anlieferungszustands liegt [MÜL07]. Mikrorisse treten den TEM Untersuchungen und Bruchflächenanalysen zufolge auch in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen auf, jedoch liegen diese nicht senkrecht zur Oberfläche vor sondern entlang des Pancake Gefüges unterhalb der Oberfläche. Somit stehen die Flanken der Mikrorisse bei Biegebeanspruchung unter Druckspannungen, so dass kein Risswachstum stattfindet.

6 Zusammenfassung

Thermische Stabilität von UFG Gradientengefügen

Ein Ziel der Arbeit war es, die bei Wärmebehandlungen in UFG Gradientengefügen lokal ablaufenden Prozesse zu identifizieren und deren Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften zu charakterisieren. Es konnte gezeigt werden, dass im untersuchten Temperaturbereich bis 600 °C Erholungsprozesse, kontinuierliches und diskontinuierliches Kornwachstum sowie dehnungsinduzierte Korngrenzmigration z.T. einzeln oder in Kombination ablaufen. Welche Prozesse im Gefüge ablaufen ist dabei primär von der Temperatur der Wärmebehandlung abhängig und wird im Folgenden näher erläutert.

Das Gefüge und die lokalen mechanischen Eigenschaften der untersuchten UFG Gradientengefüge bleiben nach Wärmebehandlungen bei Temperaturen bis 300 °C vollständig erhalten. Oberhalb 300 °C treten Erholungsprozesse auf, die zu einer Abnahme der Härte ohne Beeinflussung der Korngröße oder der Gefügemorphologie führen. Der Effekt der Erholung auf die Härte ist in den Bereichen mit der geringsten Korngröße (d.h. nahe der Flanschoberseite) am stärksten ausgeprägt, was auf einen Gradienten in der Versetzungsdichte schließen lässt.

Ab Temperaturen von ca. 450 °C tritt neben einer Erholung auch kontinuierliches Kornwachstum auf, wobei die Kornwachstumsexponenten mit der Temperatur von ca. 0,03 bei 450 °C auf ca. 0,15 bei 550 °C ansteigen. Aufgrund der niedrigen Wachstumsexponenten bleiben Korngrößen $< 1 \mu\text{m}$ auch nach mehrstündigen Wärmebehandlungen erhalten. Die Texturanalyse zeigt, dass nahe der Flanschoberseite ein selektives Kornwachstum stattfindet, wodurch die Intensität entlang der α -Faser zunimmt und entlang der γ -Faser abnimmt. Dieser Effekt zeigt, dass neben einer Reduzierung des Krümmungsradius der Korngrenzen auch eine Triebkraft durch die lokal unterschiedliche Versetzungsdichte in verschiedenen orientierten Körnern besteht (dehnungsinduzierte Korngrenzmigration).

Bei Wärmebehandlungen oberhalb 550 °C tritt diskontinuierliches Kornwachstum und damit eine Zerstörung des UFG Gefüges auf, wobei die Zeit bis zum Einsetzen des Prozesses über den Gefügegradienten variiert. Die der Literatur nach erwartete Zunahme der Stabilität mit steigendem Anteil an HAGBs wird auch im Flansch von Spaltprofilen beobachtet. Eine vollständige Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum besteht jedoch, trotz der hohen HAGB-Anteile nahe der Flanschoberseite, in keinem Bereich des Gradienten. Das selektive Wachstum von Körnern in α -Faser Lage bedingt die Erzeugung geometrisch notwendiger LAGBs, wodurch der HAGB-Anteil und damit auch die Stabilität gegen diskontinuierliches Kornwachstum mit zunehmender Dauer der Wärmebehandlung sinken. Dies bedeutet auch, dass eine bimodale Korngrößenverteilung im Bereich der Flanschoberseite erst nach vorangegangenen kontinuierlichem Kornwachstum möglich ist.

Aufgrund der Erholungs- und Kornwachstumsprozesse, die einem diskontinuierlichen Kornwachstum vorangehen, geht die Erzeugung bimodaler Gefüge mit einem starken Abfall der Festigkeit einher. Zwar zeigen diese Gefüge hohe Gleichmaßdehnungen, jedoch liegt die Festigkeit unter dem Niveau des CG Anlieferungszustands. Wärmebehandlungen bei Temperaturen zwischen 300 °C und 550 °C, bei denen Erholungsprozesse und z.T. kontinuierliches Kornwachstum auftreten, führen zu Festigkeiten zwischen denen des CG Anlieferungszustands und des Gradientengefüges im nicht wärmebehandelten Zustand. Die Gleichmaßdehnung steigt dabei jedoch nur geringfügig, so dass auch diese Wärmebehandlungen nicht zur Optimierung der mechanischen Eigenschaften geeignet sind. Somit scheint eine deutliche Steigerung der Umformbarkeit unter Zugspannungen bei weitgehendem Erhalt der Festigkeit durch Wärmebehandlungen, zumindest für die in dieser Arbeit untersuchten niedriglegierten Stähle, nicht möglich zu sein. In diesem Zusammenhang sind Biegeoperationen an Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen, bei denen das UFG Gefüge unter Zugspannungen umgeformt wird, als kritisch einzustufen. Das dabei erforderliche Umformvermögen kann, abhängig vom Biegewinkel und Biegeradius, möglicherweise nur durch diskontinuierliches Kornwachstum (Wärmebehandlungen bei ca. 600 °C), d.h. eine Zerstörung des UFG Gefüges, erzielt werden.

Gefüge und mechanische Eigenschaften in UFG Gradientengefügen

Die Untersuchungen zur Korrelation zwischen Gefüge und lokalen mechanischen Eigenschaften in UFG Gradientengefügen ergeben, dass neben der Korngröße auch die Versetzungsdichte maßgeblich zur Festigkeit beiträgt. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass der Einfluss der Korngröße und der Versetzungsdichte auf die Festigkeit lokal unterschiedlich stark ausgeprägt ist. Bei Korngrößen $> 0,4 \mu\text{m}$ bzw. Korngrenzichten $< 6 \mu\text{m}^{-1}$ ist der Einfluss der Versetzungsdichte auf die Streckgrenze vernachlässigbar. In diesem Bereich ist die Streckgrenze über die Hall-Petch Beziehung direkt von der Korngröße abhängig. Bei Korngrößen $< 0,4 \mu\text{m}$ bewirkt eine Abnahme der Korngröße einen weitaus geringeren Anstieg der Streckgrenze und folgt damit nicht mehr der Hall-Petch Beziehung. Dieser Effekt wird in den untersuchten UFG Gradientengefügen durch den zunehmenden Einfluss der Versetzungsdichte kompensiert, die mit Abnahme der Korngröße einen steigenden Beitrag zur Festigkeit leistet. Dadurch entsteht der Eindruck, dass die Streckgrenze über den gesamten Gefügegradienten der Hall-Petch Beziehung folgt, auch wenn diese bei strenger Betrachtungsweise nur für einen begrenzten Korngrößenbereich gültig ist.

Eine weitere Erkenntnis dieser Arbeit ist, dass Subkorngrenzen in den untersuchten Werkstoffen bezüglich des Einflusses auf die Festigkeit wie HAGBs zu behandeln sind. So liegt nur dann eine Proportionalität zwischen R_e und $d^{-1/2}$ bzw. $0,5S_V^{1/2}$ vor, wenn für die Bestimmung der Korngröße bzw. der Korngrenzichte alle mittels EBSD erfassbaren Korngrenzen berücksichtigt werden. Diese experimentellen Befunde bestätigen Berechnungen von Hansen und Kamikawa et al. [HAN05, KAM09], aus denen hervorgeht, dass bereits Subkorngrenzen mit sehr geringen Fehlorientierungen einen vergleichbaren Widerstand gegen Versetzungsbewegung darstellen wie HAGBs.

Ermüdungseigenschaften von UFG Gradientengefügen

Im Hinblick auf die potentiellen Anwendungen für integral verzweigte Profile mit UFG Gradientengefügen (tragende Strukturen im Automobilbau, Linearführungen, etc.) sollten neben der thermischen Stabilität auch die mechanische Stabilität der Gefüge untersucht werden. Darüber hinaus galt es zu klären, in wie weit die Härtesteigerung im Bereich der geringsten Korngrößen zur Verbesserung der Ermüdungseigenschaften beiträgt, d.h. welches Potential die Verfahren des Spaltprofilierens und Spaltbiegens für Anwendungen mit hohen zyklischen mechanischen Belastungen bieten.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Gefüge und mechanischen Eigenschaften bei Biegebeanspruchungen weitgehend stabil sind. Eine zyklische Vergröberung tritt nicht auf. Eine zyklische Entfestigung ist je nach Werkstoff nicht feststellbar (ZStE500) oder mit ca. 10 % Härteabnahme (DD11) relativ schwach ausgeprägt.

Bei beiden untersuchten Werkstoffen ist eine deutliche Steigerung der Dauerfestigkeit durch das UFG Gradientengefüge in Relation zum CG Anlieferungszustand zu verzeichnen. Eine genaue Quantifizierung des Anstiegs der Dauerfestigkeit ist jedoch in mehrfacher Hinsicht problematisch, da hierfür Eigenspannungen und plastische Verformungen der Biegeproben berücksichtigt werden müssen. Mithilfe von FEM Modellierungen der Biegebeanspruchung und unter Berücksichtigung von Eigenspannungen konnte gezeigt werden, dass der Anstieg der Dauerfestigkeit annähernd proportional zum Härteanstieg ist. So ist im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500, trotz Zugeigenspannungen in der Oberfläche, ein Anstieg der Dauerfestigkeit um ca. 70 % gegenüber dem Blech im Anlieferungszustand zu verzeichnen. Im Fall von Spaltbiegeprofilen aus DD11, die Druckeigenspannungen im Bereich der Oberfläche des UFG Gefüges aufweisen, steigt die Dauerfestigkeit um ca. 150 %. Damit übertreffen die Steigerungsraten in beiden Fällen die Literaturwerte für durch S²PD Verfahren erzeugte UFG Gradientengefüge von ca. 50 %. Spaltprofile und Spaltbiegeprofile besitzen somit ein großes Potential für Anwendungen, die hohen Ermüdungsbeanspruchungen unterliegen, und bieten darüber hinaus die Vorteile einer kontinuierlichen Fertigung.

7 Ausblick

Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurden an niedriglegierten Stählen, welche die typische Werkstoffklasse zur Herstellung von Profilen sind, durchgeführt. Je nach Anforderungsprofil der Anwendung ist jedoch auch der Einsatz anderer Werkstoffklassen möglich oder sogar notwendig. Zu nennen sind hierbei vor allem rostfreie Stähle für Anwendungen in korrosiven Medien und Aluminiumlegierungen für Anwendungen in der Luftfahrt. Somit gilt es zu untersuchen ob bzw. in welchem Umfang die in dieser Arbeit gesammelten Erkenntnisse zur thermischen Stabilität und den bei Wärmebehandlungen ablaufenden Prozessen auf andere Werkstoffe übertragbar sind. Dies ist insbesondere für ausscheidungshärtbare Aluminiumlegierungen von großer Bedeutung, da diese Werkstoffe ihre maximale Festigkeit erst nach einer Wärmebehandlung erzielen.

Ein weiterer technologisch relevanter Aspekt ist die Integration lokaler Wärmebehandlungen in die Fertigungskette von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen. So besteht die Möglichkeit durch Kurzzeitwärmebehandlungen, z.B. mittels eines LASERs oder induktiver Erwärmung, die lokalen mechanischen Eigenschaften in einer kontinuierlichen Fertigung zu verändern. So könnte das Umformvermögen der UFG Gradientengefüge durch eine diskontinuierliche Rekristallisation lokal erhöht werden, um beispielsweise eine Biegeoperation zu ermöglichen, ohne dabei das gesamte UFG Gefüge im Profilquerschnitt zu zerstören. In diesem Zusammenhang stehen vor allem Fragen der Wärmeeinbringung und Wärmeleitung im Mittelpunkt, aber auch eine mögliche Änderung der im Gefüge ablaufenden Prozesse infolge der hohen Aufheizraten.

Für Anwendungen, die starken Verschleißbeanspruchungen ausgesetzt sind, wie z.B. bei Linearführungen, kann die Verschleißbeständigkeit der Oberfläche durch Verfahren der Randschichtmodifikation erhöht werden. Hierbei bietet sich das Verfahren des Plasmanitrierens an, welches im Gegensatz zu alternativen Verfahren (Karbrieren, Borieren, Einsatzhärten, etc.) bei Prozesstemperaturen unterhalb 550 °C durchgeführt wird. Somit besteht die Möglichkeit zur Steigerung der Verschleißbeständigkeit ohne dabei das UFG Gradientengefüge zu zerstören. Dabei liegt die Herausforderung vor allem darin, geeignete Prozessparameter zu finden, die einerseits eine Bildung von Nitriden und eine ausreichende Diffusion des Stickstoffs im Werkstoff ermöglichen, andererseits aber das UFG Gefüge und dessen mechanische Eigenschaften weitgehend erhalten.

Die Sekundärrisse in den Bruchflächen von Ermüdungsproben und Zugproben zeigen, dass bereits geringe Zugspannungen in Richtung des Gefügegradienten ausreichen, um eine Rissbildung zu initiieren, bzw. vorhandene Mikrorisse anwachsen zu lassen. Dies spricht für eine starke Anisotropie der mechanischen Eigenschaften in den untersuchten UFG Gradientengefügen. In diesem Zusammenhang gilt es zu klären, in wie weit eine prozessimmanente Schädigung des UFG Gradientengefüges vorliegt und ob bzw. wie sich diese reduzieren oder vollständig vermeiden lässt. So deuten die großen Sekundärrisse in den Bruchflächen darauf hin, dass neben den in FIB-Schnitten

erkennbaren Mikrorissen auch eine geringere Kohäsion der Korngrenzen parallel zur Oberfläche besteht, die eine Ausbreitung der Mikrorisse begünstigt. Die Frage, in welchem Umfang eine prozessimmanente Schädigung des UFG Gefüges vorliegt und wie diese minimiert oder vollständig vermieden werden kann, ist dabei nicht nur für Spaltprofile und Spaltbiegeprofile relevant, da Mikrorisse auch in klassischen SPD Prozessen wie ECAP oder HPT auftreten.

Auch wenn die Festigkeit von Blechen und Profilen senkrecht zur Blechebene für die meisten Anwendungen von geringer Relevanz ist, so können Zugspannungen in Richtung der Blechnormalen nicht in allen Fällen vermieden werden. Beispiele sind u.a. der Innenradius bei freien Biegeoperationen aber auch eine nachträgliche Behandlung der Oberfläche durch Kugelstrahlen zur Steigerung der Ermüdungseigenschaften. Somit sind grundlegende Untersuchungen zum Verständnis der Schädigungsmechanismen in SPD Prozessen gleichermaßen von wissenschaftlicher und technologischer Bedeutung.

Die Untersuchungen zur Korrelation zwischen der Korngröße und den mechanischen Eigenschaften zeigen eine Abweichung vom linearen Verlauf der Hall-Petch Beziehung bei Korngrößen $< 0,4 \mu\text{m}$. Die sehr geringe Festigkeitssteigerung in diesem Korngrößenbereich infolge einer weiteren Kornfeinung wirft die Frage auf, ob es wirksamere Methoden zur Festigkeitssteigerung gibt und wie diese ggf. gezielt ausgenutzt werden können. In den untersuchten UFG Gradientengefügen wird die Abweichung von der Hall-Petch Beziehung durch einen Anstieg der Versetzungsdichte kompensiert. Es ist jedoch nicht bekannt, in wie weit eine solche inverse Abhängigkeit zwischen Versetzungsdichte und Korngröße auf andere Werkstoffe oder auf konventionelle SPD Prozesse übertragbar ist. In diesem Zusammenhang besteht Bedarf für grundlegende Untersuchungen, um nicht nur die Abhängigkeit der Korngröße, sondern auch die der Versetzungsdichte, von verschiedenen Prozessparametern (hydrostatische Druckspannungen, Dehnrate, Umformgrad, Spannungszustand, etc.) bei SPD Verfahren systematisch zu ermitteln. Für diese Untersuchungen sind die Verfahren des Spaltprofilierens und Spaltbiegens jedoch nicht geeignet, da diese, im Gegensatz zu Verfahren wie HPT, keine gezielte Variation einzelner Prozessparameter ermöglichen.

8 Literaturverzeichnis

- [ABR86] G. ABBRUZZESE, K. LÜCKE, A theory of texture controlled grain growth - I. Derivation and general discussion of the model, *Acta Metallurgica*, Vol. 34 (1986), 905-914
- [AGN98] S.R. AGNEW, J.R. WEERTMAN, Cyclic softening of ultrafine grain copper, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 244 (1998), 145-153
- [AKH93] N.A. AKHMADEEV, N.P. KOBELEV, R.R. MULYUKOV, YA.M. SOIFER, R.Z. VALIEV, The effect of heat treatment on the elastic and dissipative properties of copper with the submicrocrystalline structure, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 41 (1993), 1041-1046
- [AMO07] Y. AMOUYAL, S.V. DIVINSKI, Y. ESTRIN, E. RABKIN, Short-circuit diffusion in an ultrafine-grained copper–zirconium alloy produced by equal channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 5968-5979
- [ASK70] J. ASKILL, *Tracer Diffusion Data for Metals, Alloys and Simple Oxides*, Plenum Press (1970), ISBN 0-306-65147-5
- [AZU08] A. AZUSHIMA, R. KOPP, A. KORHONEN, D.Y. YANG, F. MICARI, G.D. LAHOTI, P. GROCHE, J. YANAGIMOTO, N. TSUJI, A. ROSOCHOWSKI, A. YANAGIDA, Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals, *CIRP Annals*, Vol. 57 (2008), 716-735
- [BAL04] A. BALYANOV, J. KUTNYAKOVA, N.A. AMIRKHAANOVA, V.V. STOLYAROV, R.Z. VALIEV, X.Z. LIAO, Y.H. ZHAO, Y.B. JIANG, H.F. XU, T.C. LOWE, Y.T. ZHU, Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 225-229
- [BAR05] B. BARETZKY, M.D. BARÓ, G.P. GRABOVETSKAYA, J. GUBICZA, M.B. IVANOV, Y.R. KOLOBOV, T.G. LANGDON, J. LENDVAI, A.G. LIPNITSKII, A.A. MAZILKIN, A.A. NAZAROV, J. NOGUÉS, I.A. OVIDKO, S.G. PROTASOVA, G.I. RAAB, Á. RÉVÉSZ, N.V. SKIBA, J. SORT, M.J. STARINK, B.B. STRAUMAL, S. SURIÑACH, T. UNGÁR, A.P. ZHILYAEV, Fundamentals of interface phenomena in advanced bulk nanoscale materials, *Reviews on Advanced Materials Science*, Vol. 9 (2005), 45-108
- [BEL01] A. BELYAKOV, T. SAKAI, H. MIURA, K. TSUZAKI, Grain refinement in copper under large strain deformation, *Philosophical Magazine A*, Vol. 81 (2001), 2629-2643

-
- [BEL05] A. BELYAKOV, Y. KIMURA, K. TSUZAKI, Recovery and recrystallization in ferritic stainless steel after large strain deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 403 (2005), 249-259
- [BER89] W. BERGMANN, *Werkstofftechnik*, 2. Auflage, Carl Hanser Verlag (1989), ISBN 3-446-15598-8
- [BLU94] H. BLUMENAUER (Hrsg.), *Werkstoffprüfung*, 6. Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1994), ISBN 3-342-00547-5
- [BOH08] T. BOHN, E. BRUDER, C. MÜLLER, Formation of ultrafine-grained microstructure in HSLA steel profiles by linear flow splitting, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7307-7312
- [BOH10] T. BOHN, *Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen*, Dissertation am Institut für Physikalische Metallkunde der TU Darmstadt (2010), URN urn:nbn:de:tuda-tuprints-20447
- [BOW04] J.R. BOWEN, P.B. PRANGNELL, D. JUUL JENSEN, N. HANSEN, Microstructural parameters and flow stress in Al-0.13% Mg deformed by ECAE processing, *Materials Science and Engineering A*, Vols. 387-389 (2004), 235-239
- [BUN65] H.-J. BUNGE, Zur Darstellung allgemeiner Texturen, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 56 (1965), 872-874
- [CAH96] R.W. CAHN, P. HAASEN, *Physical Metallurgy*, 4. Auflage, Elsevier Science B.V. (1996), ISBN 0-444-89875-1
- [CAO01] P. CAO, L. LU, M.O. LAI, Grain growth and kinetics for nanocrystalline magnesium alloy produced by mechanical alloying, *Materials Research Bulletin*, Vol. 36 (2001), 981-988
- [CAO06] H. CAO, J.Y. MIN, S.D. WU, A.P. XIAN, J.K. SHANG, Pinning of grain boundaries by second phase particles in equal-channel angularly pressed Cu-Fe-P alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 431 (2006), 86-91
- [CAR07] C.E. CARLTON, P.J. FERREIRA, What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials?, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 3749-3756
- [CHA87] H.-F. CHAI, C. LAIRD, Mechanisms of Cyclic Softening and Cyclic Creep in Low Carbon Steel, *Materials Science and Engineering*, Vol. 93 (1987), 159-174

-
- [CHE08] A.-Y. CHEN, D.-F. LI, J.-B. ZHANG, H.-W. SONG, J. LU, Make nanostructured metal exceptionally tough by introducing non-localized fracture behaviors, *Scripta Materialia*, Vol. 59 (2008), 579-582
- [CHI04] N.Q. CHINH, G. HORVÁTH, Z. HORITA, T.G. LANGDON, A new constitutive relationship for the homogeneous deformation of metals over a wide range of strain, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 3555-3563
- [CHR91] H.-J. CHRIST, *Wechselverformung von Metallen*, Springer (1991), ISBN 3-540-53962-X
- [DAI04] K. DAI, J. VILLEGAS, Z. STONE, L. SHAW, Finite element modeling of the surface roughness of 5052 Al alloy subjected to a surface severe plastic deformation process, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 5771-5782
- [DAI08] K. DAI, L. SHAW, Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation, *International Journal of Fatigue*, Vol. 30 (2008), 1398-1408
- [DAL04] F. DALLA TORRE, R. LAPOVOK, J. SANDLIN, P.F. THOMSON, C.H.J. DAVIES, E.V. PERELOMA, Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 4819-4832
- [DAL07] F.H. DALLA TORRE, A.A. GAZDER, E.V. PERELOMA, C.H.J. DAVIES, Recent progress on the study of the microstructure and mechanical properties of ECAE copper, *Journal of Materials Science*, Vol. 42 (2007), 9097-9111
- [DIE88] G.E. DIETER, *Mechanical Metallurgy*, SI Metric Edition, McGraw-Hill (1988), ISBN 0-07-100406-8
- [DOH97] R.D. DOHERTY, D.A. HUGHES, F.J. HUMPHREYS, J.J. JONAS, D. JUUL JENSEN, M.E. KASSNER, W.E. KING, T.R. MCNELLEY, H.J. MCQUEEN, A.D. ROLLETT, Current issues in recrystallization: a review, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 238 (1997), 219-274
- [DSO07] C. EL DSOKI, H. HANSELKA, Ermittlung zyklischer Werkstoffkennwerte für schwingbeanspruchte spaltprofilierte Bauteile, *1. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Verlag Meisenbach (2007), 103-108, ISBN 978-3-87525-252-1

-
-
- [FAN07] D.R. FANG, Q.Q. DUAN, N.Q. ZHAO, J.J. LI, S.D. WU, Z.F. ZHANG, Tensile properties and fracture mechanism of Al-Mg alloy subjected to equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 459 (2007), 137-144
- [FEC90] H.J. FECHT, E. HELLSTERN, Z. FU, W.L. JOHNSON, Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 21 (1990), 2333-2337
- [FER05a] M. FERRY, Influence of fine particles on grain coarsening within an orientation gradient, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 773-783
- [FER05b] M. FERRY, N.E. HAMILTON, F.J. HUMPHREYS, Continuous and discontinuous grain coarsening in a fine-grained particle-containing Al-Sc alloy, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 1097-1109
- [FER07] M. FERRY, N. BURHAN, Structural and kinetic aspects of continuous grain coarsening in a fine-grained Al-0.3Sc alloy, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 3479-3491
- [FIG08] R.B. FIGUEIREDO, M. KAWASAKI, C. XU, T.G. LANGDON, Achieving superplastic behavior in fcc and hcp metals processed by equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 493 (2008), 104-110
- [FUJ04] T. FUJITA, Z. HORITA, T.G. LANGDON, Using grain boundary engineering to evaluate the diffusion characteristics in ultrafine-grained Al-Mg and Al-Zn alloys, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 371 (2004), 241-250
- [FUR96] M. FURUKAWA, Z. HORITA, M. NEMOTO, R.Z. VALIEV, T.G. LANGDON, Microhardness measurements and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size, *Acta Materialia*, Vol. 44 (1996), 4619-4629
- [GLE00] H. GLEITER, Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *Acta Materialia*, Vol. 48 (2000), 1-29
- [GOT02] G. GOTTSTEIN, L.S. SHVINDLERMAN, Triple junction drag and grain growth in 2D polycrystals, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 703-713
- [GOT07] G. GOTTSTEIN, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Auflage, Springer (2007), ISBN 978-3-540-71104-9
- [GRO06] P. GROCHE, D. VUCIC, J. RINGLER, Spaltprofilieren – Verzweigte Strukturen aus Blech, *Umformtechnisches Kolloquium Darmstadt (UKD)*, Hrsg.: P. Groche, Verlag Meisenbach (2006), 193-204, ISBN 3-87525-229-2

-
- [GRO07a] P. GROCHE, J. RINGLER, D. VUCIC, New forming processes for sheet metal with large plastic deformation, *Key Engineering Materials*, Vol. 344 (2007), 251-258
- [GRO07b] P. GROCHE, D. VUCIC, M. JÖCKEL, Basics of linear flow splitting, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 183 (2007), 249-255
- [GRO07c] P. GROCHE, J. RINGLER, Neue Produkte und Produkteigenschaften durch integral gefertigtem verzweigte Strukturen aus Blech, 1. *Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Verlag Meisenbach (2007), 17-24, ISBN 978-3-87525-252-1
- [GUO05] L. GUOBIN, S. JIBING, G. QUANMEI, W. RU, Fabrication of the nanometer $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$ composite by internal oxidation, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 170 (2005), 336-340
- [HAA94] P. HAASEN, *Physikalische Metallkunde*, 3. Auflage, Springer (1994), ISBN 3-540-57210-4
- [HAH90] H. HAHN, J. LOGAS, R.S. AVERBACK, Sintering characteristics of nanocrystalline TiO_2 , *Journal of Materials Research*, Vol. 5 (1990), 609-614
- [HAH97] H. HAHN, P. MONDAL, K.A. PADMANABHAN, Plastic deformation of nanocrystalline materials, *Nanostructured Materials*, Vol. 9 (1997), 603-606
- [HAL51] E.O. HALL, The deformation and ageing of mild steel: III Discussion and results, *Proceedings of the Physical Society*, Vol. 64 (1951), 747-753
- [HAN78] J. HANSEN, J. POSPIECH, K. LÜCKE, *Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals*, Springer (1987), ISBN 0-387-08689-7
- [HAN01] N. HANSEN, New Discoveries in Deformed Metals, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A (2001), 2917-2935
- [HAN04] N. HANSEN, Hall–Petch relation and boundary strengthening, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 801-806
- [HAN05] N. HANSEN, Boundary strengthening in undeformed and deformed polycrystals, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 409 (2005), 39-45
- [HAR67] E.W. HART, Theory of the tensile test, *Acta Metallurgica*, Vol. 15 (1967), 351-355

-
- [HAY97] Y. HAYAKAWA, J.A. SZPUNAR, A new model of Goss texture development during secondary recrystallization of electrical steel, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 4713-4720
- [HAZ09] S.S. HAZRA, A.A. GAZDER, E.V. PERELOMA, Stored energy of a severely deformed interstitial free steel, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 524 (2009), 158-167
- [HEA02] C.P. HEASON, P.B. PRANGNELL, Grain Refinement and Texture Evolution during the Deformation of Al to Ultra-High Strains by Accumulative Roll Bonding (ARB), *Materials Science Forum*, Vols. 396-402 (2002), 429-434
- [HOC09] M. HOCKAUF, L.W. MEYER, B. ZILLMANN, M. HIETSCHOLD, S. SCHULZE, L. KRÜGER, Simultaneous improvement of strength and ductility of Al-Mg-Si alloys by combining equal-channel angular extrusion with subsequent high-temperature short-time aging, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 503 (2009), 167-171
- [HOH10] A. HOHENWARTER, R. PIPPAN, Anisotropic fracture behavior of ultrafine-grained iron, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527 (2010), 2649-2656
- [HÖP09] H.-W. HÖPPEL, H. MUGHRABI, A. VINOGRADOV, Fatigue Properties of Bulk Nanostructured Materials, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 481-500, ISBN 978-3-527-31524-6
- [HOR89] J. HORVÁTH, Diffusion in Nanocrystalline Materials, *Defect and Diffusion Forum*, Vols. 66-69 (1989), 207-228
- [HOR05] Z. HORITA, K. OHASHI, T. FUJITA, K. KANEKO, T. G. LANGDON, Achieving High Strength and High Ductility in Precipitation-Hardened Alloys, *Advanced Materials*, Vol. 17 (2005), 1599-1602
- [HUA06] X. HUANG, N. HANSEN, N. TSUJI, Hardening by Annealing and Softening by Deformation in Nanostructured Metals, *Science*, Vol. 312 (2006), 249-251
- [HUA09] X. HUANG, Tailoring dislocation structures and mechanical properties of nanostructured metals produced by plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 60 (2009), 1078-1082
- [HUG97] D.A. HUGHES, N. HANSEN, High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 3871-3886

-
- [HUG01] D.A. HUGHES, N. HANSEN, Graded Nanostructures Produced by Sliding and Exhibiting Universal Behavior, *Physical Review Letters*, Vol. 87 (2001), 135503-1
- [HUM97] F.J. HUMPHREYS, A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - I. The basic model, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 4231-4240
- [HUM01] F.J. HUMPHREYS, Review - Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, *Journal of Materials Science*, Vol. 36 (2001), 3833-3854
- [HUM04] F.J. HUMPHREYS, M. HATHERLY, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second Edition, Elsevier (2004), ISBN 0-08-044164-5
- [INA94] H. INAGAKI, Fundamental Aspect of Texture Formation in Low Carbon Steel, *ISIJ International*, Vol. 34 (1994), 313-321
- [IWA96] Y. IWAHASHI, J. WANG, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials, *Scripta Materialia*, Vol. 35 (1996), 143-146
- [IWA98] Y. IWAHASHI, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, The process of grain refinement in equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 46 (1998), 3317-3331
- [JAZ04a] H. JAZAERI, F.J. HUMPHREYS, The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: I – the deformed state, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 3239-3250
- [JAZ04b] H. JAZAERI, F.J. HUMPHREYS, The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: II – annealing behavior, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 3251-3262
- [JIA00] H. JIANG, Y.T. ZHU, D.P. BUTT, I.V. ALEXANDROV, T.C. LOWE, Microstructural evolution, microhardness and thermal stability of HPT-processed Cu, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 290 (2009), 128-138
- [JÖC05] M. JÖCKEL, *Grundlagen des Spaltprofilierens von Blechplatten*, Dissertation am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt, Shaker Verlag (2005), ISBN 3-8322-4218-X

-
- [JUL95] D. JUUL JENSEN, Effects of orientation on growth during recrystallization, In: *Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization*, Editors: N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Proceedings of the 16th Riso International Symposium on Material Science (1995), 119-137
- [KAM07] N. KAMIKAWA, T. SAKAI, N. TSUJI, Effect of redundant shear strain on microstructure and texture evolution during accumulative roll-bonding in ultralow carbon IF steel, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 5873-5888
- [KAM09] N. KAMIKAWA, X. HUANG, N. TSUJI, N. HANSEN, Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed, *Acta Materialia*, Vol. 57 (2009), 4198-4208
- [KES10a] L.A.I. KESTENS, R. PETROV, P. GOBERNADO, E. LEUNIS, Texture Control in Non-Oriented Electrical Steels by Severe Plastic Deformation, *Solid State Phenomena*, Vol. 160 (2010), 23-29
- [KES10b] L.A.I. KESTENS, R.H. PETROV, J. SIDOR, Texture and structure in ultra-low carbon steels by non-conventional sheet manufacturing processes, Vortrag im Rahmen der 31. DGM-Fachausschuss-Sitzung "Texturen", Dresden (19.03.2010)
- [KHA10] G. KHATIBI, J. HORKY, B. WEISS, M.J. ZEHETBAUER, High cycle fatigue behaviour of copper deformed by high pressure torsion, *International Journal of Fatigue*, Vol. 32 (2010), 269-278
- [KIM03] H.-K. KIM, M.-I. CHOI, C.-S. CHUNG, D.H. SHIN, Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 340 (2003), 243-250
- [KIM04] H.-K. KIM, Activation energies for the grain growth of an AZ31 Mg alloy after equal channel angular pressing, *Journal of Materials Science*, Vol. 39 (2004), 7107-7109
- [KOC00] U.F. KOCKS, C.N. TOMÉ, H.-R. WENK, *Texture and Anisotropy*, Cambridge University Press (2000), ISBN 0-521-79420-X
- [KOC09] C.C. KOCH, Nanostructured Materials: An Overview, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 3-20, ISBN 978-3-527-31524-6

-
-
- [KOZ04] E.V. KOZLOV, A.N. ZHDANOV, N.A. POPOVA, E.E. PEKARSKAYA, N.A. KONEVA, Subgrain structure and internal stress fields in UFG materials: problem of Hall–Petch relation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 387-389 (2004), 789-794.
- [KUN06] L. KUNZ, P. LUKÁŠ, M. SVOBODA, Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 424 (2006), 97-104
- [LAN07] T.G. LANGDON, The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 462 (2007), 3-11
- [LAN09] V. LANDERSHEIM, B. EIGENMANN, C. EL DSOKI, T. BRUDER, C.M. SONSINO, H. HANSELKA, Analyse der Wirkung von Kerben, Mittel- und Eigenspannungen auf die Schwingfestigkeit des hochumgeformten Werkstoffbereichs von Spaltprofilen, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 40 (2009), 663-675
- [LEB95] A.B. LEBEDEV, A.E. ROMANOV, V.I. KOPYLOV, V.P. FILONENKO, V.G. GRYAZNOV, Y.A. BURENKOV, Softening of the elastic modulus in submicrocrystalline copper, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 203 (1995), 165-170.
- [LI05] S. LI, I.J. BEYERLEIN, M.A.M. BOURKE, Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 394 (2005), 66-77
- [LI06] B.L. LI, N. TSUJI, N. KAMIKAWA, Microstructure homogeneity in various metallic materials heavily deformed by accumulative roll-bonding, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 423 (2006), 331-342
- [LIB08] S. LIBARDI, M. ZADRA, F. CASARI, A. MOLINARI, Mechanical properties of nanostructured and ultrafine-grained iron alloys produced by spark plasma sintering of ball milled powders, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 478 (2008), 243-250
- [LIN06] Y. LIN, J. LU, L. WANG, T. XU, Q. XUE, Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel, *Acta Materialia*, Vol. 54 (2006), 5599-5605
- [LIU03] M. LIU, B. SHI, J. GUO, X. CAI, H. SONG, Lattice constant dependence of elastic modulus for ultrafine grained mild steel, *Scripta Materialia*, Vol. 49 (2003), 167-171

-
- [LOW03] T.C. LOWE, Y.T. ZHU, Commercialisation of Nanostructured Metals Produced by Severe Plastic Deformation Processing, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 5 (2003), 373-378
- [LU04] K. LU, J. LU, Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment, *Materials Science and Engineering A*, Vols. 375–377 (2004), 38-45
- [LU09] K. LU, L. SHAW, Bulk Materials with a Nanostructured Surface and Coarse-grained Interior, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 649-671, ISBN 978-3-527-31524-6
- [MAC58] J.K. MACKENZIE, Second paper on the statistics associated with the random disorientation of cubes, *Biometrika*, Vol. 40 (1958), 229-240
- [MAJ07] J. MAJTA, K. MUSZKA, Mechanical properties of ultra fine-grained HSLA and Ti-IF steels, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 464 (2007), 186-191
- [MAL97] T.R. MALOW, C.C. KOCH, Grain growth in nanocrystalline iron prepared by mechanical attrition, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 2177-2186
- [MAN98] P.A. MANOHAR, M. FERRY, T. CHANDRA, Five Decades of the Zener Equation, *ISIJ International*, Vol. 38 (1998), 913-924
- [MAY07] J. MAY, M. DINKEL, D. AMBERGER, H.W. HÖPPEL, M. GÖKEN, Mechanical Properties, Dislocation Density and Grain Structure of Ultrafine-Grained Aluminum and Aluminum-Magnesium Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 38 (2007), 1941-1945
- [MEY08] L.W. MEYER, K. SOMMER, T. HALLE, M. HOCKAUF, Crack growth in ultrafine-grained AA6063 produced by equal-channel angular pressing, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7426-7431
- [MIN85] Z.H. MIN, L. DELAHEY, A. DERUYTTERE, Fatigue softening of severely cold-drawn low carbon steel, *Acta Metallurgica*, Vol. 33 (1985), 563-570
- [MOL07] X. MOLODOVA, G. GOTTSTEIN, M. WINNING, R.J. HELLMIG, Thermal stability of ECAP processed pure copper, *Materials Science and Engineering A*, Vols. 460-461 (2007), 204-213
- [MOR66] W.B. MORRISON, The effect of grain size on the stress-strain relationship in low-carbon steel, *Transactions of the ASM*, Vol. 59 (1966), 824-846

-
- [MOR02] D.G. MORRIS, M.A. MUÑOZ-MORRIS, Microstructure of severely deformed Al-3Mg and its evolution during annealing, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 4047-4060
- [MUG01] H. MUGHRABI, H.W. HÖPPEL, Cyclic Deformation and Fatigue Properties of Ultrafine-Grain Size Materials: A Review of the Current Status, In: *Structure and Mechanical Properties of Nanophase Materials - Theory and Computer Simulations vs. Experiment*, Editors: D. Farkas et al., MRS Proceedings, Vol. 634 (2000), B2.1
- [MUG04] H. MUGHRABI, H.W. HÖPPEL, M. KAUTZ, Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 807-812
- [MÜL07] C. MÜLLER, T. BOHN, E. BRUDER, T. BRUDER, V. LANDERSHEIM, C. EL DSOKI, P. GROCHE, D. VELEVA, Severe plastic deformation by linear flow splitting, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 38 (2007), 842-854
- [MÜL08] C. MÜLLER, T. BOHN, E. BRUDER, P. GROCHE, UFG-Microstructures by Linear Flow Splitting, *Materials Science Forum*, Vols. 584-586 (2008), 68-73
- [MUL56] W.W. MULLINS, Two-Dimensional Motion of Idealized Grain Boundaries, *Journal of Applied Physics*, Vol. 27 (1956), 900-904
- [MUL92] KH.YA. MULYUKOV, S.B. KHAPHIZOV, R.Z. VALIEV, Grain Boundaries and Saturation Magnetization in Submicron Grained Nickel, *Physica Status Solidi (a)*, Vol. 133 (1992), 447-454
- [NAK98] K. NAKASHIMA, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 46 (1998), 1589-1599
- [NAZ03] A.A. NAZAROV, Grain-boundary diffusion in nanocrystals with a time-dependent diffusion coefficient, *Physics of the Solid State*, Vol. 45 (2003), 1166-1169
- [NIE89] G.W. NIEMAN, J.R. WEERTMAN, R.W. SIEGEL, Microhardness of nanocrystalline palladium and copper produced by inert-gas condensation, *Scripta Metallurgica*, Vol. 23 (1989), 2013-2018
- [NIE08] T. NIENDORF, D. CANADINC, H.J. MAIER, I. KARAMAN, The role of heat treatment on the cyclic stress-strain response of ultrafine-grained interstitial-free steel, *International Journal of Fatigue*, Vol. 30 (2008), 426-436

-
- [OKA08] M. OKAYASU, K. SATO, M. MIZUNO, D.Y. HWANG, D.H. SHIN, Fatigue properties of ultra-fine grained dual phase ferrite/martensite low carbon steel, *International Journal of Fatigue*, Vol. 30 (2008), 1358-1365
- [OSC93] A. OSCARSSON, H-E. EKSTRÖM, B. HUTCHINSON, Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallisation in Strip-Cast Aluminium Alloys, *Materials Science Forum*, Vols. 113-115 (1993), 177-182
- [PAL90] G. PALUMBO, S.J. THORPE, K.T. AUST, On the contribution of triple junctions to the structure and properties of nanocrystalline materials, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 24 (1990), 1347-1350
- [PAN93] C.S. PANDE, R.A. MASUMURA, R.W. ARMSTRONG, Pile-up based hall-petch relation for nanoscale materials, *Nanostructured Materials*, Vol. 2 (1993), 323-331
- [PAO05] P.S. PAO, H.N. JONES, S.F. CHENG, C.R. FENG, Fatigue crack propagation in ultrafine grained Al-Mg alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol. 27 (2005), 1164-1169
- [PAR97] Y.B. PARK, D.N. LEE, G. GOTTSTEIN, Evolution of recrystallisation textures from cold rolling textures in interstitial free steel, *Materials Science and Technology*, Vol. 13 (1997), 289-298
- [PAR00] Y.B. PARK, L. KESTENS, J.J. JONAS, Effect of Internal Stresses in Cold Rolled IF Steel on the Orientations of Recrystallized Grains, *ISIJ International*, Vol. 40 (2000), 393-401
- [PAR01a] K.-T. PARK, Y.-S. KIM, D.H. SHIN, Microstructural Stability of Ultrafine Grained Low-Carbon Steel Containing Vanadium Fabricated by Intense Plastic Straining, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32 (2001), 2373-2381
- [PAR01b] K.-T. PARK, H.-J. KWON, D.H. SHIN, Apparent grain growth behavior of submicrometer grained Al-3 Pct Mg during static annealing after fabrication by severe plastic straining, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32 (2001), 2670-2672
- [PAR02] K.-T. PARK, D.H. SHIN, Annealing behavior of submicrometer grained ferrite in a low carbon steel fabricated by severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 334 (2002), 79-86

-
- [PER98] R.J. PEREZ, H.G. JIANG, E.J. LAVERNIA, C.P. DOGAN, Grain growth of nanocrystalline cryomilled Fe-Al powders, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29A (1998), 2469-2475
- [PET53] N.J. PETCH, The cleavage strength of polycrystals, *Journal of the Iron and Steel Institute*, Vol 174 (1953), 25-28
- [PRA01] P.B. PRANGNELL, J.R. BOWEN, A. GHOLINIA, The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe plastic deformation, In: *Proceedings of the 22nd Risø International Symposium on Materials Science*, Editors: A.R. Dinesen et al., Roskilde (2001), 105-126
- [PRA04] P.B. PRANGNELL, J.S. HAYES, J.R. BOWEN, P.J. APPS, P.S. BATE, Continuous recrystallisation of lamellar deformation structures produced by severe deformation, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 3193-3206
- [RAA94] D. RAABE, K. LÜCKE, Rolling and Annealing Textures of BCC Metals, *Materials Science Forum*, Vols. 157-162 (1994), 597-610
- [RAA04] G.J. RAAB, R.Z. VALIEV, T.C. LOWE, Y.T. ZHU, Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 382 (2004), 30-34
- [RAY94] R.K. RAY, J.J. JONAS, R.E. HOOK, Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steel, *International Materials Reviews*, Vol. 39 (1994), 129-172
- [RIB09] J. RIBBE, D. BAITHER, G. SCHMITZ, S.V. DIVINSKI, Ultrafast diffusion and internal porosity in ultrafine-grained copper-lead alloy prepared by equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, Vol. 61 (2009), 129-132
- [RIN07] J. RINGLER, P. GROCHE, Grundlagen des Spaltbiegens, *1. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Verlag Meisenbach (2007), 73-78, ISBN 978-3-87525-252-1
- [RIN08] J. RINGLER, P. GROCHE, Spaltbiegen - Ein neues Verfahren für integrale Verzweigungen aus der Blechmitte, *2. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Verlag Meisenbach (2008), 63-71, ISBN 978-3-87525-283-5
- [ROL06] T. ROLAND, D. RETRAINT, K. LU, J. LU, Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment, *Scripta Materialia*, Vol. 54 (2006), 1949-1954

-
-
- [SAB08] I. SABIROV, Y. ESTRIN, M.R. BARNETT, I. TIMOKHINA, P.D. HODGSON, Tensile deformation of an ultrafine-grained aluminium alloy: Micro shear banding and grain boundary sliding, *Acta Materialia*, Vol. 56 (2008), 2223-2230
- [SAI99] Y. SAITO, H. UTSUNOMIYA, N. TSUJI, T. SAKAI, Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Materialia*, Vol. 47 (1999), 579-583
- [SAK05] G. SAKAI, Z. HORITA, T.G. LANGDON, Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 393 (2005), 344-351
- [SCH03] C.A. SCHUH, T.G. NIEH, H. IWASAKI, The effect of solid solution W additions on the mechanical properties of nanocrystalline Ni, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 431-443
- [SCH06] V. SCHULZE, *Modern Mechanical Surface Treatment*, Wiley-VCH (2006), ISBN 3-527-31371-0
- [SEG81] V.M. SEGAL, V.I. REZNIKOV, A.E. DROBYSHEVSKIY, I.V. KOPYLOV, Plastic working of metals by simple shear, *Russian Metallurgy*, (1981), 99-105
- [SEG04] V.M. SEGAL, Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE), *Materials Science and Engineering A*, Vol. 386 (2004), 269-276
- [SEG06] V.M. SEGAL, S. FERRASSE, F. ALFORD, Tensile testing of ultra fine grained metals, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 422 (2006), 321-326
- [SEM08] I.P. SEMENOVA, R.Z. VALIEV, E.B. YAKUSHINA, G.H. SALIMGAREEVA, T.C. LOWE, Strength and fatigue properties enhancement in ultrafine-grained Ti produced by severe plastic deformation, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7354-7359
- [SER01] A.V. SERGUEEVA, V.V. STOLYAROV, R.Z. VALIEV, A.K. MUKHERJEE, Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure, *Scripta Materialia*, Vol. 45 (2001), 747-752
- [SHI02] D.H. SHIN, J.-J. PARK, S.Y. CHANG, Y.-K. LEE, K.-T. PARK, Ultrafine Grained Low Carbon Steels Fabricated by Equal Channel Angular Pressing: Microstructures and Tensile Properties, *ISIJ International*, Vol. 42 (2002), 1490-1496

-
- [SHI05] D.H. SHIN, K.-T. PARK, Ultrafine grained steels processed by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vols. 410-411 (2005), 299-302
- [SON05a] R. SONG, D. PONGE, D. RAABE, R. KASPAR, Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C-Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 845-858
- [SON05b] R. SONG, D. PONGE, D. RAABE, Mechanical properties of an ultrafine grained C-Mn steel processed by warm deformation and annealing, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 4881-4892
- [SON06] R. SONG, D. PONGE, D. RAABE, J.G. SPEER, D.K. MATLOCK, Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 441 (2006), 1-17
- [STO01] V.V. STOLYAROV, Y.T. ZHU, I.V. ALEXANDROV, T.C. LOWE, R.Z. VALIEV, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 299 (2001), 59-67
- [SU06] J.-Q. SU, T.W. NELSON, C.J. STERLING, Friction stir processing of large-area bulk UFG aluminum alloys, *Scripta Materialia*, Vol. 52 (2005), 135-140
- [SUN09] H.Q. SUN, Y.N. SHI, M.-X. ZHANG, Sliding wear-induced microstructure evolution of nanocrystalline and coarse-grained AZ91D Mg alloy, *Wear*, Vol. 266 (2009), 666-670
- [TAK07] L. TAKACS, A.R. TOROSYAN, Surface mechanical alloying of an aluminum plate, *Journal of Alloys and Compounds*, Vols. 434-435 (2007), 686-688
- [TAK08] N. TAKATA, Y. OKITSU, N. TSUJI, Dynamic deformation behavior of ultrafine grained aluminum produced by ARB and subsequent annealing, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7385-7390
- [TAO02] N.R. TAO, Z.B. WANG, W.P. TONG, M.L. SUI, J. LU, K. LU, An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 4603-4616
- [THO87] C.V. THOMPSON, H.J. FROST, F. SPAEPEN, The relative rates of secondary and normal grain growth, *Acta Metallurgica*, Vol. 35 (1987), 887-890

-
- [TOD07] Y. TODAKA, M. UMEMOTO, J. YIN, Z. LIU, K. TSUCHIYA, Role of strain gradient on grain refinement by severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 462 (2007), 264-268
- [TON04] W.P. TONG, N.R. TAO, Z.B. WANG, H.W. ZHANG, J. LU, K. LU, The formation of ϵ -Fe₃₋₂N phase in a nanocrystalline Fe, *Scripta Materialia*, Vol. 50 (2004), 647-650
- [TSU02] N. TSUJI, Y. ITO, Y. SAITO, Y. MINAMINO, Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing, *Scripta Materialia*, Vol. 47 (2002), 893-899
- [TSU03] N. TSUJI, Y. SAITO, S.-H. LEE, Y. MINAMINO, ARB (Accumulative Roll-Bonding) and other new Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 5 (2003), 338-344
- [TSU04] N. TSUJI, N. KAMIKAWA, Y. MINAMINO, Effect of Strain on Deformation Microstructure and Subsequent Annealing Behavior of IF Steel Heavily Deformed by ARB Process, *Materials Science Forum*, Vols. 467-470 (2004), 341-348
- [TSU09] N. TSUJI, Fabrication of Bulk Nanostructured Materials by Accumulative Roll Bonding (ARB), In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 235-253, ISBN 978-3-527-31524-6
- [UEJ02] R. UEJI, N. TSUJI, Y. MINAMINO, Y. KOIZUMI, Ultragrain refinement of plain low carbon steel by cold-rolling and annealing of martensite, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 4177-4189
- [VAL91] R.Z. VALIEV, R.R. MULYUKOV, V.V. OVCHINNIKOV, V.A. SHABASHOV, Mössbauer analysis of submicrometer grained iron, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 25 (1991), 2717-2722
- [VAL96a] R.Z. VALIEV, Y.V. IVANISENKO, E.F. RAUCH, B. BAUDELET, Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation, *Acta Materialia*, Vol. 44 (1996), 4705-4712
- [VAL96b] R.Z. VALIEV, R.S. MISHRAL, J. GROZAL, A.K. MUKHERJEE, Processing of nanostructured nickel by severe plastic deformation consolidation of ball-milled powder, *Scripta Materialia*, Vol. 34 (1996), 1443-1448

-
- [VAL97] R.Z. VALIEV, D.A. SALIMONENKO, N.K. TSENEV, P.B. BERBON, T.G. LANGDON, Observations of high strain rate superplasticity in commercial aluminum alloys with ultrafine grain sizes, *Scripta Materialia*, Vol. 37 (1997), 1945-1950
- [VAL00] R.Z. VALIEV, R.K. ISLAMGALIEV, I.V. ALEXANDROV, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*, Vol. 45 (2000), 103-189
- [VAL02] R.Z. VALIEV, I.V. ALEXANDROV, Y.T. ZHU, T.C. LOWE, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation, *Journal of Materials Research*, Vol. 17 (2002), 5-8
- [VAL06] R.Z. VALIEV, Y. ESTRIN, Z. HORITA, T.G. LANGDON, M.J. ZEHETBAUER, Y.T. ZHU, Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, Vol. 58 (2006), 33-39
- [VAL10] R.Z. VALIEV, N.A. ENIKEEV, M.Y. MURASHKIN, V.U. KAZYKHANOV, X. SAUVAGE, On the origin of extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 63 (2010), 949-952
- [VIN99] A. VINOGRADOV, T. MIMAKI, S. HASHIMOTO, R.Z. VALIEV, On the corrosion behavior of ultra-fine grain copper, *Scripta Materialia*, Vol. 41 (1999), 319-326
- [VIN07] A. VINOGRADOV, Fatigue limit and crack growth in ultra-fine grain metals produced by severe plastic deformation, *Journal of Materials Science*, Vol. 42 (2007), 1797-1808
- [WAN97] J. WANG, Y. IWAHASHI, Z. HORITA, M. FURUKAWA, M. NEMOTO, R.Z. VALIEV, T.G. LANGDON, An investigation of microstructural stability in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size, *Acta Materialia*, Vol. 44 (1996), 2973-2982
- [WAN98] S.-H. WANG, C. MÜLLER, A study on the change of fatigue fracture mode in two titanium alloys, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 21 (1998), 1077-1087
- [WAN03] Y.M. WANG, K. WANG, D. PAN, K. LU, K.J. HEMKER, E. MA, Microsample tensile testing of nanocrystalline copper, *Scripta Materialia*, Vol. 48 (2003), 1581-1586

-
-
- [WAN04] Y.M. WANG, E. MA, Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 1699-1709
- [WAN09] Y.M. WANG, E. MA, Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Metals, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 425-453, ISBN 978-3-527-31524-6
- [WEG98] C.W. WEGST, *Stahlschlüssel*, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH (1998), ISBN 3-922599-14-1
- [YAM01] T. YAMASAKI, H. MIYAMOTO, T. MIMAKI, A. VINOGRADOV, S. HASHIMOTO, Stress corrosion cracking susceptibility of ultra-fine grain copper produced by equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 318 (2001), 122-128
- [YAN04] N.Y.C. YANG, T.J. HEADLEY, J.J. KELLY, J.M. HRUBY, Metallurgy of high strength Ni-Mn microsystems fabricated by electrodeposition, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 761-766
- [YU04] C.Y. YU, P.L. SUN, P.W. KAO, C.P. CHANG, Evolution of microstructure during annealing of a severely deformed aluminum, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 366 (2004), 310-317
- [YU05] C.Y. YU, P.W. KAO, C.P. CHANG, Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 4019-4028
- [ZHA09] Y.H. ZHAO, Y.Z. GUO, Q. WEI, T.D. TOPPING, A.M. DANGELEWICZ, Y.T. ZHU, T.G. LANGDON, E.J. LAVERNA, Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress-strain curves, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 525 (2009), 68-77
- [ZHI03] A.P. ZHILYAEV, G.V. NURISLAMOVA, B.-K. KIM, M.D. BARÓ, J.A. SZPUNAR, T.G. LANGDON, Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 753-765
- [ZHI05] A.P. ZHILYAEV, K. OH-ISHI, T.G. LANGDON, T.R. MCNELLEY, Microstructural evolution in commercial purity aluminum during high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, Vols. 410-411 (2005), 277-280
- [ZHA04] Y.H. ZHAO, X.Z. LIAO, Z. JIN, R.Z. VALIEV, Y.T. ZHU, Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 4589-4599

-
- [ZHO01] F. ZHOU, J. LEE, S. DALLEK, E.J. LAVERNIA, High grain size stability of nanocrystalline Al prepared by mechanical attrition, *Journal of Materials Research*, Vol. 16 (2001), 3451-3458
- [ZHU00] Y.T. ZHU, T.C. LOWE, Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 291 (2000), 46-53
- [ZHU04] Y.T. ZHU, T.C. LOWE, T.G. LANGDON, Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 825-830

A Anhang

A.1 Fehlerbetrachtung

A.1.1 Gefügeanalyse

Untersuchungen zum Verlauf bzw. zur Entwicklung verschiedener Gefügekennwerte und deren Quantifizierung sind ein zentraler Aspekt der vorliegenden Arbeit, so dass eine Fehlerbetrachtung der zugrundeliegenden Daten unumgänglich ist. Zunächst ist eine Unterteilung in Fehlerquellen der Mess- und Auswertungsverfahren sowie in Fehlerquellen des Materials nötig. Letztere umfassen z.B. Inhomogenitäten im Ausgangsmaterial, welche sich nicht bzw. nur mit unverhältnismäßig hohem Aufwand quantifizieren lassen. Durch die Wahl des Probenmaterials und der Messfelder können diese jedoch minimiert werden. So wurden für vergleichende Untersuchungen ausschließlich Proben aus einem einzigen Flansch eines Spaltprofils entnommen und die EBSD Messungen stets in einem konstanten Abstand zur Flanschspitze durchgeführt.

Die Fehlerquellen der Mess- und Auswertungsverfahren können wiederum in zwei Kategorien untergliedert werden und zwar systematische Abweichungen verschiedener Messverfahren zueinander (z.B. XRD, TEM, EBSD) sowie Fehler innerhalb der einzelnen Messverfahren. Da eine Quantifizierung sowie direkte Vergleiche von Gefügekennwerten nur auf Basis von EBSD Messungen durchgeführt wurden, können systematische Abweichungen der verschiedenen Verfahren vernachlässigt werden. Fehlerquellen bei EBSD Messungen liegen überwiegend in der verwendeten Messfeldgröße, dem Punktabstand (laterale Auflösung), der Probenpräparation und der anschließenden digitalen Nachbearbeitung der Daten (Clean Up).

Zur Ermittlung einer repräsentativen Messfeldgröße für EBSD Messungen an Gefügen mit hohem Streckungsgrad wurde die Fläche einer EBSD Messung sukzessive verkleinert. Die zugrundeliegende Referenzmessung wurde im Abstand von $100\text{ }\mu\text{m}$ zur Flanschoberseite eines Spaltprofils aus ZStE 500 durchgeführt und umfasste eine Fläche von $10 \times 20\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Schrittweite von 25 nm . Tabelle A.1 zeigt, dass die untersuchten Gefügeparameter bei einer Reduzierung der Messfläche weitgehend stabil bleiben. Erst ab Ausschnitt 3 ist eine deutliche Abnahme im Aspektverhältnis zu erkennen, die darauf zurückzuführen ist, dass Körner, die den Rand des Messfeldes schneiden, nicht berücksichtigt werden. Sobald die Länge des Messfeldes nicht mehr um ein Vielfaches größer ist als die Länge der Körner mit dem höchsten Streckungsgrad, wird ein signifikanter Anteil dieser Körner nicht mehr erfasst. Dies führt zwangsläufig zu einer Verfälschung der Statistik hin zu kleineren Aspektverhältnissen.

Resultierend aus den in Tabelle A.1 dargestellten Ergebnissen wurde die Größe der Messfelder bei allen EBSD Messungen so gewählt, dass mindestens 400 Körner vollständig enthalten waren. Zusätzlich wurde auf eine ausreichende laterale Auflösung der Messungen geachtet, um zu vermeiden, dass sehr kleine Körner nicht erfasst werden. Die kritische da kleinste Größe ist hierbei die mittlere Kornbreite (d.h. „Pancake-

Dicke“), welche über ein Linienschnittverfahren ermittelt wird. Als Kriterium wurde ein maximaler Punktabstand von einem Viertel der mittleren Kornbreite festgelegt, was bei globularen Körnern zu einem Fehler im Bereich von 6 - 7 % führen würde [HUM01]. Aufgrund des hohen Aspektverhältnisses der untersuchten Gefüge und der Tatsache, dass der Linienabstand der Auswertung ebenfalls im Bereich des vierfachen Punktabstandes liegt, ist die Wahrscheinlichkeit kleine Körner nicht zu erfassen deutlich geringer.

Tabelle A.1: Einfluss der EBSD-Messfeldgröße auf die ermittelten Gefügeparameter an ZStE500 im Abstand von 100 µm zur Flanschoberseite mit 25 nm Schrittweite.

Messung	Fläche der Messung	Anzahl Körner	Mittlere Korngröße	Mittlere Kornbreite	Aspekt-verhältnis	Anteil HAGBs
Referenz	200 µm ²	1028	0,33 µm	0,129 µm	8,5	60 %
Ausschnitt 1	128 µm ²	694	0,34 µm	0,137 µm	8,6	60 %
Ausschnitt 2	72 µm ²	409	0,34 µm	0,141 µm	8,4	63 %
Ausschnitt 3	32 µm ²	200	0,32 µm	0,143 µm	7,0	64 %
Ausschnitt 4	18 µm ²	156	0,31 µm	0,123 µm	5,3	65 %

Eine weitere Fehlerquelle liegt in der Ungenauigkeit der Indizierung einzelner Messpunkte, was sich vor allem auf die Erfassung von Kleinwinkelkorngrenzen auswirkt. Die Orientierungsauflösung (95%-Konfidenzintervall) liegt je nach Beschleunigungsspannung und Strahlstrom typischerweise zwischen 0,5 ° und 1 ° [HUM01]. Für die EBSD Messungen im Rahmen dieser Arbeit muss jedoch eine niedrigere Orientierungsauflösung angenommen werden, da die Qualität der Kikuchi-Pattern im Wesentlichen durch zwei Faktoren reduziert wird. Zum Einen sind für großflächige Messungen hohe Bilderfassungsraten unerlässlich, welche nur mit reduzierter Pattern-Auflösung erreicht werden können. Zum Anderen weisen durch SPD erzeugte UFG Werkstoffe eine hohe Defektdichte auf, was die Kohärenz des Gitters reduziert und folglich die Pattern-Qualität beeinträchtigt. Somit ist trotz der gewählten Orientierungsauflösung von 2 ° zu erwarten, dass Subkorngrenzen mit geringen Fehlorientierungen teilweise nicht oder nur unvollständig erkannt werden. Dies beeinflusst jedoch nicht die mittlere Korngröße oder Kornbreite („Pancake Dicke“), da hierfür ausschließlich Korngrenzen mit Fehlorientierungen > 5 ° berücksichtigt werden. Wird dieses Kriterium jedoch auf > 2 ° herabgesetzt, so führt dies zu einer sehr hohen Fehleranfälligkeit der mittleren Korngröße, da viele Subkorngrenzen nicht vollständig geschlossen sind. Die mittels Linienschnittverfahren bestimmte Pancake Dicke ist diesbezüglich weniger anfällig, da hier nur der prozentual fehlende Anteil an Korngrenzsegmenten eingeht, was gemessen an der gesamten Korngrenzlänge im Messfeld vernachlässigbar ist. Umgekehrt ist es ebenfalls möglich, dass zwischen benachbarten Punkten gleicher Orientierung fälschlicherweise eine LAGB detektiert wird. Dies wirkt sich auf die Statistik der Korngrenzverteilung aus, wobei die dadurch entstehende zusätzliche LAGB-Länge in Relation zur restlichen Korngrenzlänge meist bei < 5 % liegt. Fehlinterpretationen bezüglich einer Zu- oder Abnahme des HAGB-Anteils können vermieden werden, indem zusätzlich die jeweilige HAGB-Dichte betrachtet wird, welche von derartigen Fehlern nicht beeinflusst wird.

Zufällige Fehler infolge der Probenpräparation und der digitalen Nachbearbeitung können weitgehend ausgeschlossen werden, da für alle Proben die gleiche Präparation verwendet wurde und bei der Auswertung stets einer festgelegten Clean Up Prozedur gefolgt wurde. In diesem Zusammenhang auftretende systematische Fehler können dagegen nicht ausgeschlossen werden, sind jedoch insofern von geringer Relevanz, da vorwiegend die relative Änderung der mittels EBSD bestimmten Gefügeparameter betrachtet wird.

A.1.2 Härtemessungen

Aus Gründen der besseren Übersichtlichkeit wurde bei der grafischen Darstellung von Härtemessungen auf eine Angabe von Fehlerbalken verzichtet. Generell gilt nach EN ISO 6507, dass bei Härteprüfverfahren nach Vickers durchschnittlich ein Messfehler von 10 % einkalkuliert werden muss. Fehlerquellen sind u.a. Ungenauigkeiten beim manuellen Ausmessen der Härteeindrücke, lokale Inhomogenitäten im Werkstoff sowie eine mögliche Verfestigung der Oberfläche bei der mechanischen Probenpräparation der Schliffe. Da Härtemessungen nur an polierten Proben durchgeführt wurden und die verwendeten Werkstoffe insbesondere im Bereich der Gefügegradienten ein sehr geringes Verfestigungsvermögen aufweisen, können präparationsbedingte Fehler vernachlässigt werden. Die Standardabweichung von Härtewerten und Härteverläufen, die mindestens 5fach mit einer Last von 50 g gemessen wurden, entspricht 2 - 3 % des Mittelwerts (d.h. ca. 4 - 8 HV0,05). In Anbetracht dessen und der geringen Streuungen in den dargestellten Härteverläufen erscheint eine Fehlspanne der Härtewerte von maximal $\pm 5\%$ (ca. zweifache Standardabweichung) realistisch.

Bei Härtemessungen mittels Nanoindentierung erfolgt die Bestimmung der Härte vollautomatisch, so dass Fehler durch ein manuelles Ausmessen der Eindrücke nicht auftreten. Aufgrund der geringen Lasten und entsprechend geringeren Eindringtiefen ist das Verfahren deutlich anfälliger für präparationsbedingte Verfestigungen in der Oberfläche. Derartige Fehler können jedoch weitgehend vernachlässigt werden, da die Ergebnisse jeweils nur für Vergleiche innerhalb einer Probe verwendet werden, so dass systematische Abweichungen aller an einer Probe gemessenen Härtewerte nicht relevant sind. Zufällige Abweichungen der Messwerte innerhalb einer Probe resultieren vorwiegend aus lokalen Inhomogenitäten im Werkstoff und aus der begrenzten Genauigkeit des Prüfgeräts. Zur Abschätzung dieser Abweichungen dient die Standardabweichung von Referenzmessungen in einem Bereich der Probe mit konstanter Kleinlasthärte.

A.1.3 Zugversuche

Fehlerquellen bei Zugversuchen bzw. den abgeleiteten mechanischen Kennwerten liegen in der begrenzten Genauigkeit der verwendeten Kraftmessdose und der Bestimmung der Probengeometrie. Die maximale Abweichung der Kraftmessdose entspricht nach

Angaben des Hersteller 0,025% der Maximallast (50 kN) bzw. 0,25% der aufgebrachten Last. Bei einem minimalen Probenquerschnitt von 1,6 mm² (ZStE500) und Spannungen von 400 MPa (geringste gemessene Streckgrenze) liegen Lasten von 640 N an. Unter Annahme eines Fehlers von 0,025 % der Maximallast (12,5 N) ergibt sich somit eine Abweichung von bis zu 2 % des Messwerts. Die maximale Abweichung der Schieblehre, mit der B_0 und D_0 gemessen wurden, liegt bei $\pm 0,02$ mm. Daraus ergibt sich für die Abmessungen der Proben aus ZStE500 eine maximale Abweichung von $\pm 3,5$ %. Somit ist eine Fehlerspannweite der Festigkeitskennwerte von ± 5 % als konservative Abschätzung zu betrachten.

A.1.4 Ermüdungsexperimente

Die Genauigkeit der Ermüdungsexperimente wird durch die statistische Streuung der Lebensdauer und durch Fehlerquellen im experimentellen Aufbau beeinflusst. Da es nicht Ziel dieser Arbeit ist statistisch abgesicherte Wöhlerlinien zu ermitteln, kann die Streuung der Lebensdauer im Bereich der Zeitfestigkeit vernachlässigt werden. Bei den Fehlerquellen im experimentellen Aufbau ist eine belastbare Quantifizierung kaum möglich. Eine konservative Abschätzung auf Basis der maximal anzunehmenden Fehler (in allen geometrischen Größen des Aufbaus und der Proben sowie in der Kraftregelung) würde zu sehr großen Streuungen der berechneten Spannungsamplituden von bis zu ± 20 % führen. Die demgegenüber sehr geringen Streuungen der Ermüdungsergebnisse zeigen, dass die tatsächliche Fehlerspanne deutlich geringer ist, wobei anzumerken ist, dass im Bereich der Zeitfestigkeit eine Trennung zwischen der statistischen Streuung der Lebensdauer und der Streuung in der Spannungsamplitude nicht möglich ist.

In Anbetracht der geringen Streuungen innerhalb der einzelnen Wöhler-Kurven und der Tatsache, dass die Ermüdungsuntersuchungen im Rahmen dieser Arbeit primär zur Abschätzung der Dauerfestigkeit dienen, sind für die Aussagekraft der Ergebnisse vor allem systematische Fehler von Bedeutung, die zur Verschiebung von Wöhler-Kurven einzelner Probenzustände führen. Einflüsse durch den Aufbau können dabei ausgeschlossen werden, da dieser für alle Ermüdungsexperimente unter 3-Punkt-Biegung identisch war. Was jedoch nicht auszuschließen ist, sind Fehler bei der Berechnung der effektiven Spannungsamplituden mithilfe von FEM Modellierungen. Eine detaillierte Ausführung dieses Aspekts findet sich in den Ergebnissen und der Diskussion der Ermüdungsexperimente.

A.2 Abbildungen

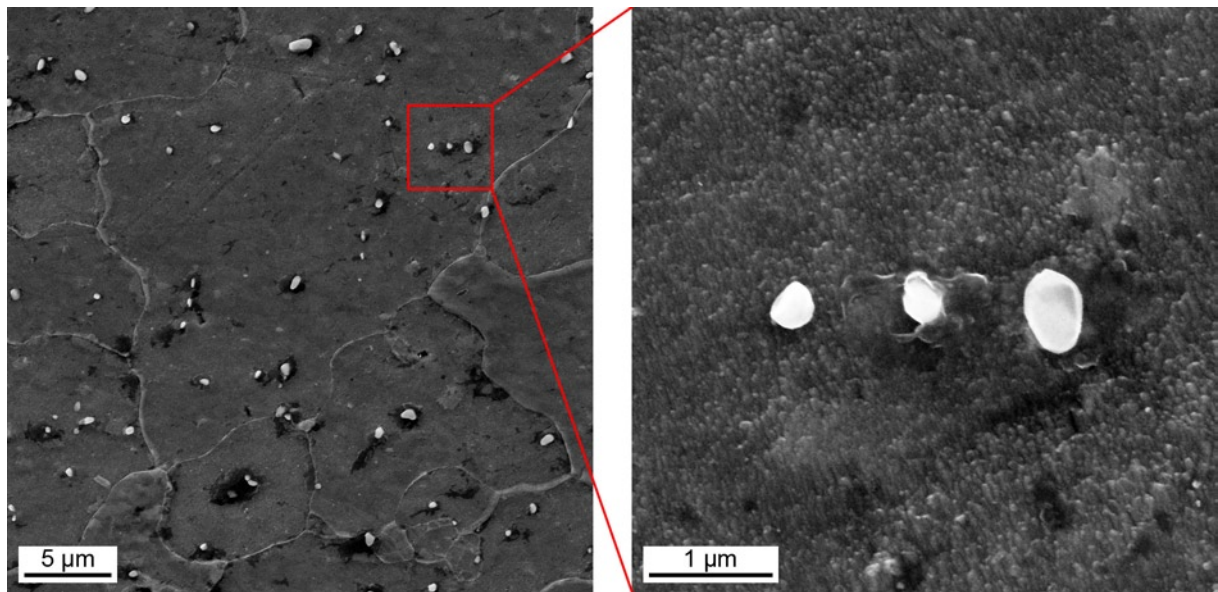


Abbildung A.1: Fe_3C -Partikel in ZStE500.

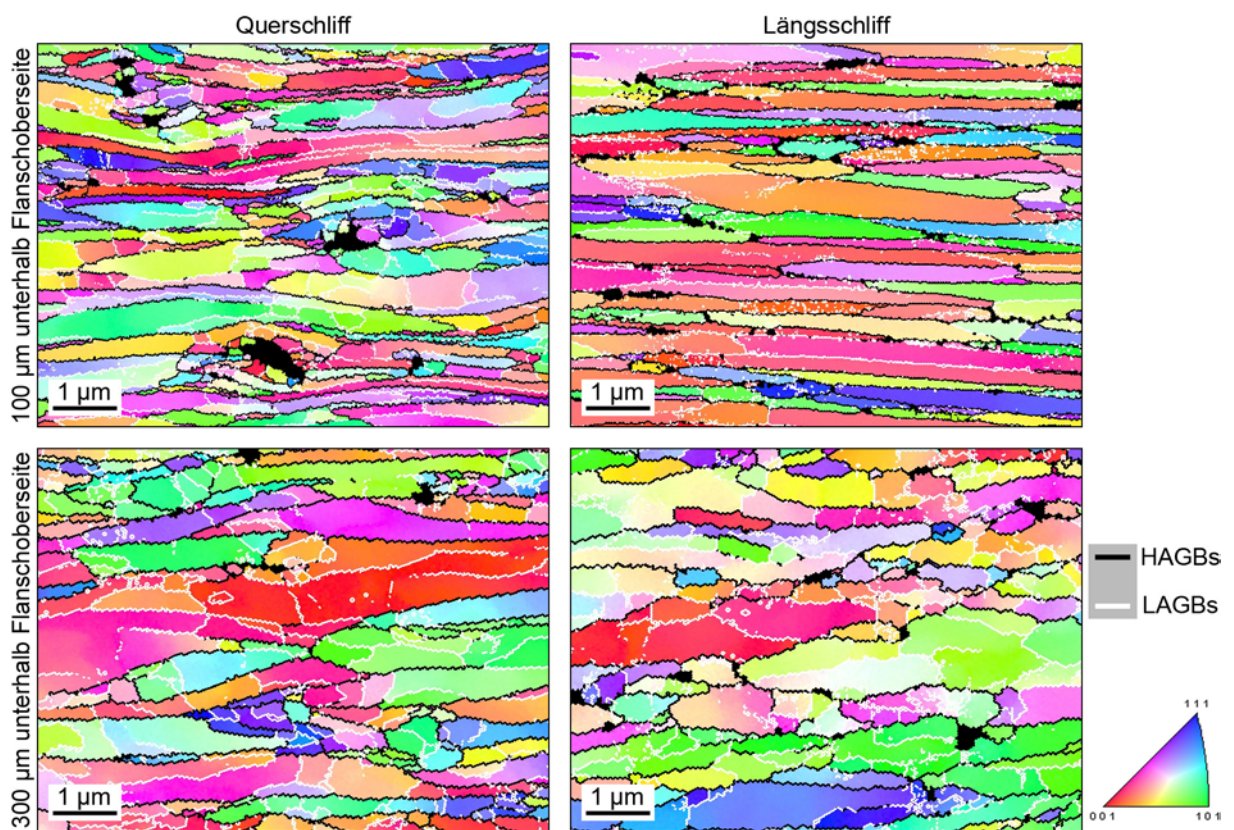


Abbildung A.2: IPF-Darstellung des Gefüges im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 im Querschliff und Längsschliff.

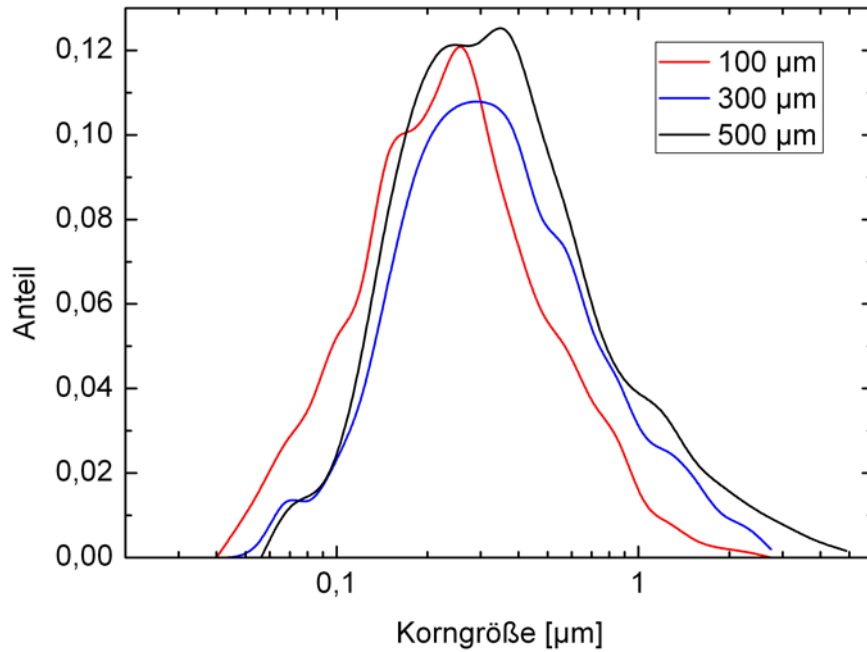


Abbildung A.3: Korngrößenverteilungen in verschiedenen Abständen zur Flanschoberseite von Spaltprofilen aus ZStE500.

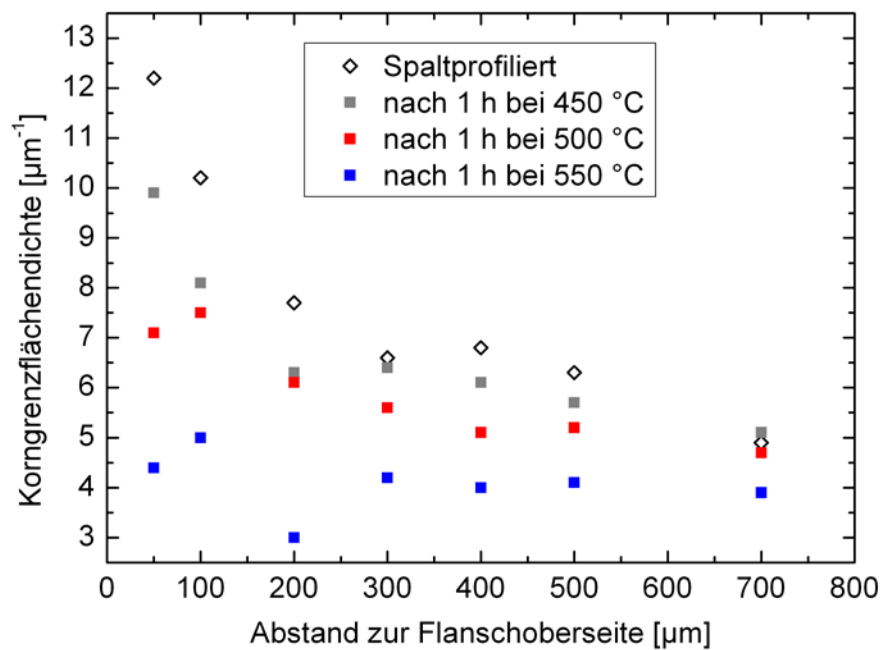


Abbildung A.4: Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Korngrenzflächendichte (HAGBs + LAGBs) im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500.

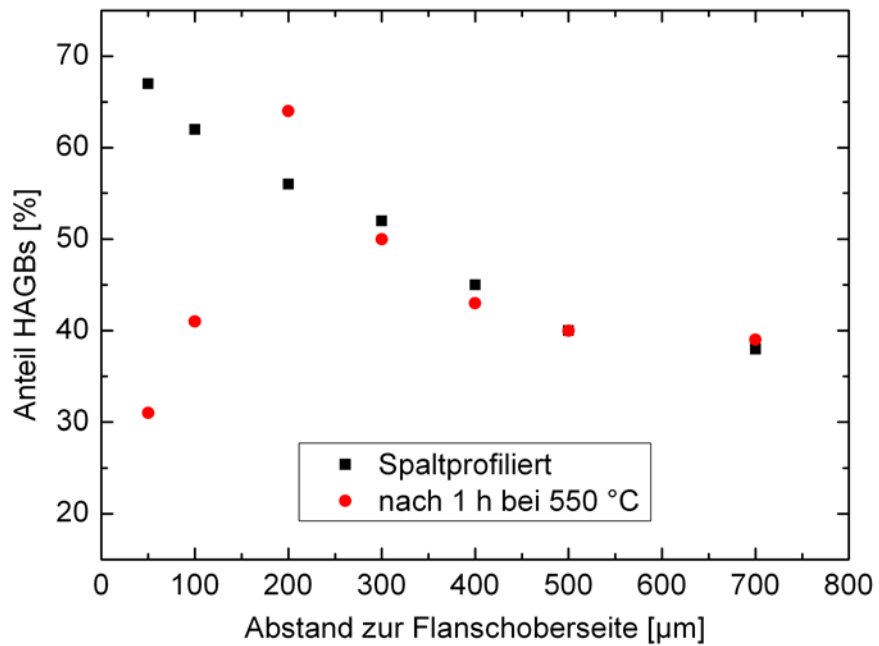


Abbildung A.5: Anteil an HAGBs im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 vor und nach Wärmebehandlung für 1 h bei 550 °C.

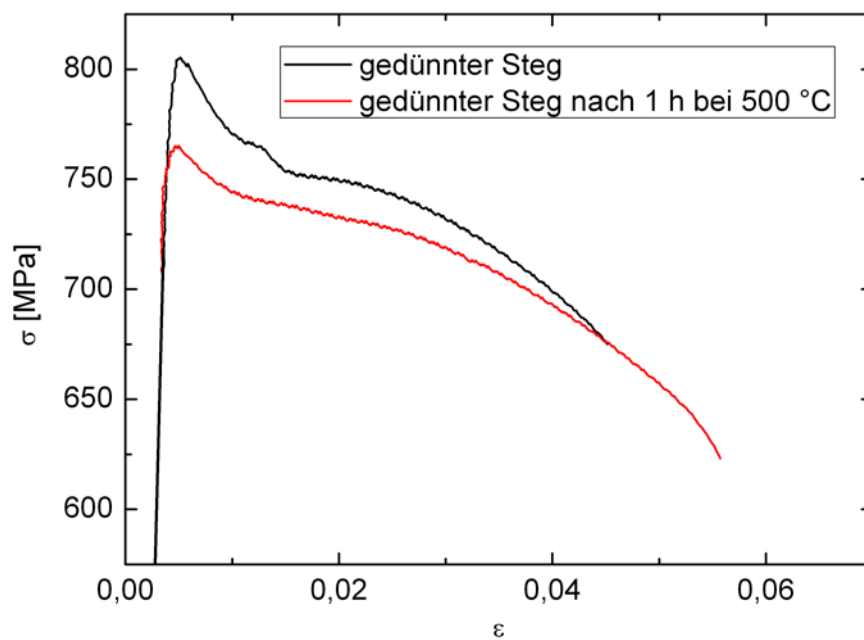


Abbildung A.6: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven von DD11.

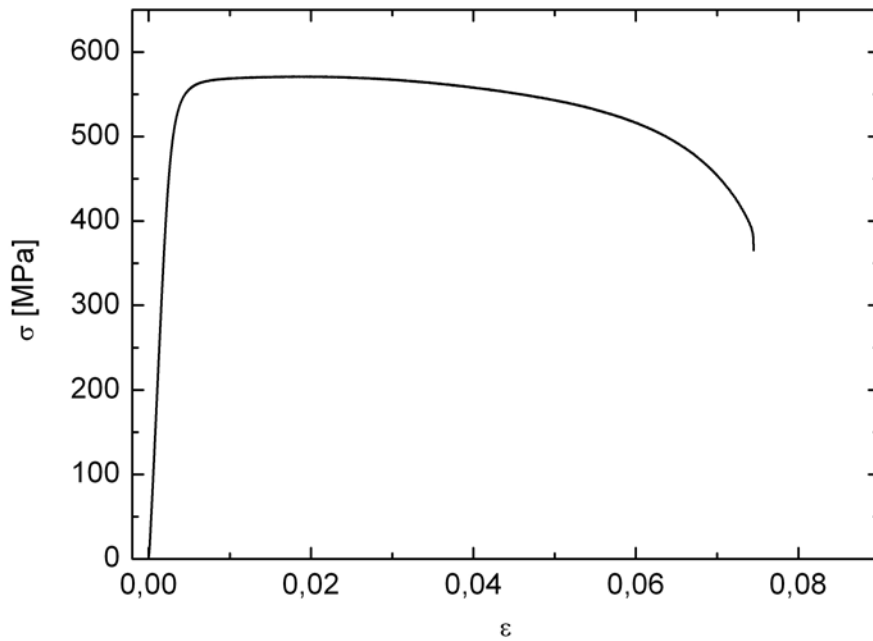


Abbildung A.7: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurve von ZStE500 im CG Anlieferungszustand quer zur Walzrichtung.

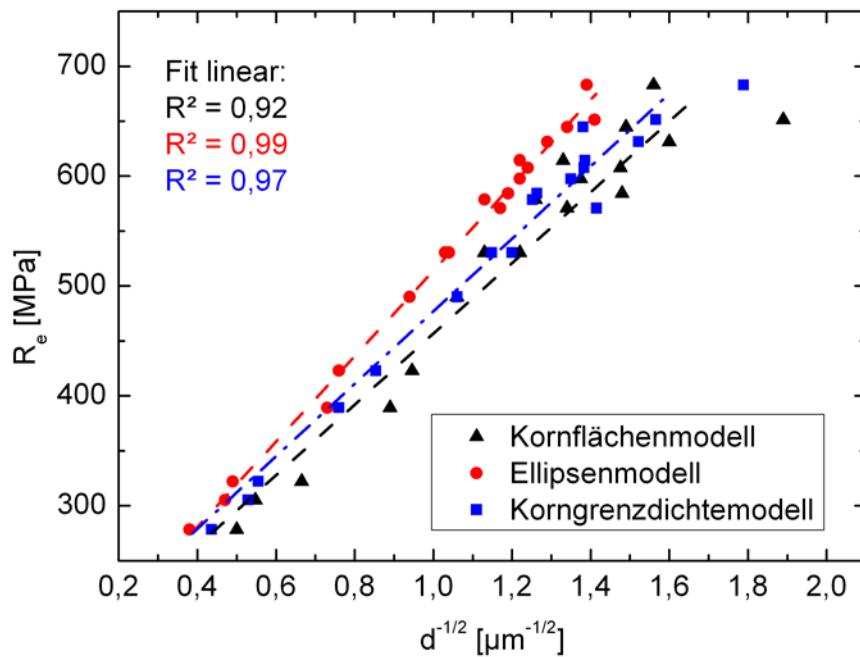


Abbildung A.8: Streckgrenze in Abhängigkeit von der Korngröße in Spaltprofilen aus ZStE500 nach Wärmebehandlungen zwischen 10 min und 600 min bei Temperaturen ≥ 550 °C unter Berücksichtigung aller Korngrenzen mit einer Fehlorientierung > 2 °.

A.3 Herleitung Ellipsenmodell

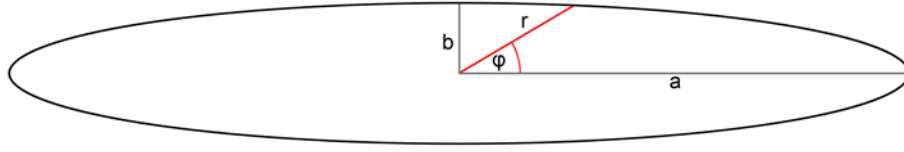


Abbildung A.9: Darstellung einer Ellipse mit dem minimalen Radius b und dem maximalen Radius a.

Der Radius einer Ellipse ist abhängig vom Winkel φ und berechnet sich wie folgt:

$$r = \frac{b}{\sqrt{1 - \varepsilon \cdot \cos^2 \varphi}} \quad \text{Gleichung A.1}$$

Dabei entspricht ε der dimensionslosen Exzentrizität der Ellipse, die durch den minimalen Radius b und den maximalen Radius a bestimmt ist. Setzt man $b = 1$ so entspricht a dem Aspektverhältnis der Ellipse.

$$\varepsilon = \sqrt{\left(\frac{a^2 - b^2}{a^2}\right)} = \sqrt{\left(1 - \frac{b^2}{a^2}\right)} \stackrel{b:=1}{\Rightarrow} \sqrt{\left(1 - \frac{1}{a^2}\right)} \quad \text{Gleichung A.2}$$

Der über alle Richtungen (bzw. Winkel) gemittelte Radius kann durch Integration wie folgt berechnet werden:

$$\bar{r} = \frac{2}{\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{1}{\sqrt{1 - \varepsilon \cdot \cos^2 \varphi}} d\varphi \quad \text{Gleichung A.3}$$

Die Lösung des Integrals in Gleichung A.3 führt zu einem vollständigen elliptischen Integral 1. Art (F) mit den Argumenten $\pi/2$ und $-(a^2 - 1)$.

$$\bar{r} = \frac{2a}{\pi} \cdot F\left(\frac{\pi}{2} \mid -(a^2 - 1)\right) \quad \text{Gleichung A.4}$$

Da zuvor $b = 1$ gesetzt wurde, kann der mittlere Durchmesser einer Ellipse \bar{d} über das Aspektverhältnis a und den minimalen Durchmesser d_{\min} wie folgt berechnet werden:

$$\bar{d} = \frac{2a \cdot d_{\min}}{\pi} \cdot F\left(\frac{\pi}{2} \mid -(a^2 - 1)\right) \quad \text{Gleichung A.5}$$

Lebenslauf

Persönliche Angaben

Name	Enrico Bruder
Geburtsdatum	03.11.1980
Geburtsort	Potsdam
Staatsangehörigkeit	deutsch
Familienstand	ledig
Anschrift	Große Teilung 19 64683 Einhausen

Ausbildung

09/1987 – 06/1989	Gesamtschule (POS) 46 in Potsdam
09/1989 – 11/1991	Gesamtschule (POS) 41 in Potsdam
11/1991 – 02/1992	Odenwaldschule in Oberhambach
02/1992 – 06/2000	Altes Kurfürstliches Gymnasium in Bensheim Abitur 06/2000 (Note: 1,7)
08/2000 – 06/2001	Zivildienst im Bereich des mobilen sozialen Hilfsdienstes in der Sozialstation „Pustebblume“ (Bensheim)
10/2001 – 03/2007	Studium der Materialwissenschaft an der Technischen Universität Darmstadt Abschluss als Diplom Ingenieur (Note: sehr gut)

Beschäftigungsverhältnis, Promotion

04/2007 – dato	Wissenschaftlicher Mitarbeiter und Doktorand im Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften an der Technischen Universität Darmstadt
----------------	---

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich meine Dissertation selbständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt habe. Ich habe noch keinen Promotionsversuch unternommen.

Darmstadt, den 7. September 2010

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde im Zeitraum von April 2007 bis September 2010 am Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften der Technischen Universität Darmstadt angefertigt. Sie entstand im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Sonderforschungsbereichs (SFB) 666 „Integrale Blechbauweisen höherer Verzweigungsordnung – Entwicklung, Fertigung, Bewertung“. Allen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle meinen herzlichen Dank aussprechen, insbesondere:

Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Müller für die engagierte Betreuung der Arbeit, das mir entgegengebrachte Vertrauen und die richtungsweisenden Diskussionen, die wesentlich zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben;

Herrn Prof. Dr.-Ing. M. Heilmaier für sein förderndes Interesse und die Möglichkeit, diese Arbeit in seinem Fachgebiet durchführen zu können;

Herrn Prof. Dr.-Ing. H. Hahn vom Gemeinschaftslabor Nanomaterialien der TU Darmstadt und des Forschungszentrums Karlsruhe für die Übernahme des Koreferats;

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dipl. Wirtsch.-Ing. P. Groche vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt für die stets fruchtbare Kooperation mit seinem Institut;

Frau C. Wasmund, Frau P. Neuhäusel, Frau U. Kunz und Herrn H. Lehmann für die Unterstützung bei der Probenpräparation, der Mikroskopie und der mechanischen Werkstoffprüfung;

Herrn Dr. J. Brötz für die Durchführung der Eigenspannungsmessungen;

Herrn O. Görtan für die Durchführung der FEM Simulationen;

Frau F. Resch, Herrn J. Niehuesbernd, Herrn B. Peter und Herrn C. Rakousky für die Probenpräparation;

Herrn D. Vucic, Herrn J. Ringler, Herrn C. Ludwig, Herrn W. Schmitt und Herrn C. Taplick für die Herstellung der Spaltprofile und Spaltbiegeprofile und ihre Unterstützung bei maschinenbaulichen Fragen;

Frau V. Kaune, Frau J. Schuster und Herrn T. Bohn sowie allen weiteren Mitarbeitern der Physikalischen Metallkunde für die gute Zusammenarbeit und die angenehme Arbeitsatmosphäre;

Meiner Freundin Christine Kasper für das mir entgegengebrachte Verständnis während der Anfertigung dieser Arbeit und den Rückhalt in jeder Situation;

Meinen Eltern, die mich zu jedem Zeitpunkt der Arbeit unterstützten und förderten.
